

(12)

EUROPEAN PATENT APPLICATION

(21) Application number: **88202854.1**

(51) Int. Cl.⁴: **A23D 3/00 , A23D 5/00 ,
A23G 1/00 , A23G 9/02**

(22) Date of filing: **13.12.88**

(30) Priority: **15.12.87 US 132400**

(43) Date of publication of application:
28.06.89 Bulletin 89/26

(84) Designated Contracting States:
AT BE CH DE FR GB GR IT LI LU NL SE

(71) Applicant: **THE PROCTER & GAMBLE
COMPANY**
One Procter & Gamble Plaza
Cincinnati Ohio 45202(US)

(72) Inventor: **Selden, Paul**
2890 Grandin Road
Cincinnati Ohio 45208(US)

(74) Representative: **Suslic, Lydia et al**
Procter & Gamble European Technical
Center N.V. Temselaan 100
B-1820 Strombeek-Bever(BE)

(54) **Reduced calorie fats made from triglycerides containing medium and long chain fatty acids.**

(57) A reduced calorie fat comprising at least about 15% by weight triglycerides selected from the group consisting of MML, MLM, LLM, and LML triglycerides, and mixtures thereof; wherein M = fatty acids selected from the group consisting of C₆ to C₁₀ saturated fatty acids, and mixtures thereof, and L = fatty acids selected from the group consisting of C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids, and mixtures thereof is disclosed. The fat also has the following fatty acid composition: (a) from about 15% to about 70% C₆ to C₁₀ saturated fatty acids; (b) from about 10% to about 70% C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids; (c) not more than about 10% fatty acids selected from the group consisting of C_{12:0} and C_{14:0}, and mixtures thereof; (d) not more than about 20% fatty acids selected from the group consisting of C_{18:1}, C_{18:2}, C_{18:3}, and mixtures thereof; and (e) not more than 4% C_{18:2} fatty acids.

EP 0 322 027 A2

REDUCED CALORIE FATS MADE FROM TRIGLYCERIDES CONTAINING MEDIUM AND LONG CHAIN FATTY ACIDS

Cross Reference to Related Application

This application is a continuation-in-part of U.S. application Serial No. 132,400, filed December 15, 1987.

Technical Field

The present invention relates to the field of reduced calorie fats, in particular fats made from triglycerides containing combinations of medium and long chain fatty acids.

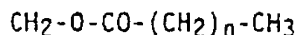
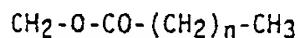
Background of the Invention

Typical vegetable oils and animal fats used in foods contain fatty acids which are predominantly 16 or 18 carbons long and contain zero to three double bonds. These are generally referred to as long chain triglycerides. Some oils such as rapeseed oil contain fatty acids having 20 or 22 carbons or higher.

Medium chain triglycerides (MCT'S) are triglycerides made with saturated C₆ to C₁₂ fatty acids. These shorter chain triglycerides are metabolized differently from long chain triglycerides by the body because they are more water-soluble than long chain triglycerides. Because they hydrolyze rapidly and are absorbed via the portal vein, they provide a source of quick energy.

Several references disclose triglycerides containing medium chain and long chain fatty acids. For example, U.S. Patent 3,353,964 of Seiden, issued November 21, 1967, discloses a margarine oil made from corandomized triglycerides containing saturated short chain fatty acids having 6-14 carbon atoms and saturated long chain fatty acids having 20-22 carbon atoms. The triglycerides, a corandomized blend of hydrogenated rapeseed oil with coconut and/or palm kernel oil, are high in lauric acid.

U.S. Patent 4,607,052 of Mendy et al., issued August 19, 1986, discloses triglycerides of the formula:



where R represents an acyl fragment of a polyunsaturated fatty acid containing 18 to 22 carbon atoms, the acyl fragment being capable of being oxidized, and where n represents an integer varying from 2 to 16. The triglycerides are used as nutritional supplements to provide a source of polyunsaturated fatty acids.

A synthetic therapeutic oil is disclosed in U.S. Patent 3,450,819 of Babayan et al., issued June 17, 1969. The oil is useful for treating humans suffering from malabsorption of fat. The oil comprises triglycerides having a major portion of medium chain (saturated C₆ to C₁₂) fatty acids, and a minor portion of essential fatty acids. The essential fatty acids are unsaturated fatty acids, primarily linoleic (C_{18:2}), linolenic (C_{18:3}), and arachidonic (C_{20:4}).

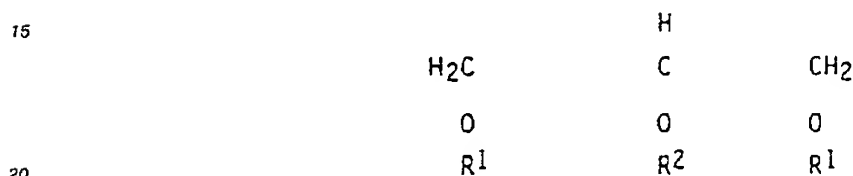
U.S. Patent 4,528,197 of Blackburn, issued July 9, 1985, discloses a composition for enhancing protein anabolism in an hypercatabolic mammal. The composition is made of a nutritionally sufficient source of amino acids, carbohydrates and lipids, the lipids comprising a controlled triglyceride source which, on hydrolysis, yields both long chain fatty acids and medium chain fatty acids. One such fatty acid source disclosed is a structured lipid containing medium chain fatty acids (saturated C₈, C₁₀, and C₁₂), and essential fatty acids.

Mok et al., "Structured Medium Chain and Long Chain Triglyceride Emulsions are Superior to Physical Mixtures in Sparing Body Protein in the Burned Rat", Metabolism, Vol. 33, No. 10, pp. 910-915, Oct. 1984.

describe an emulsion consisting of triglycerides composed of medium chain and long chain fatty acids in similar proportions used for sparing body protein in burned rats. The triglycerides were made from capric acid (C_{8:0}), caprylic acid (C_{10:0}), linoleic acid (C_{18:2}), and other long chain fatty acids.

Maiz et al., "Protein Metabolism During Total Parenteral Nutrition (TPN) in Injured Rats Using Medium Chain Triglycerides," *Metabolism*, Vol. 33, No. 10, pp. 901-909, October 1984, disclose a lipid emulsion made from triglycerides containing 60% medium chain fatty acids and 40% long chain fatty acids said to improve protein utilization in injured rats. The medium chain fatty acids used are saturated C₈ through C₁₂, and the long chain fatty acids are derived from sunflower or safflower oil (which consist primarily of mixed triglycerides of linoleic and oleic fatty acid moieties).

European Patent Application 216,419 of Jandacek et al., published April 1, 1987, relates to a nutritional fat suitable for use in enteral and parental products, consisting essentially of from about 50% to about 100% by weight of triglycerides having the formula:



The R¹ groups consist of saturated medium chain fatty acids with chain lengths of 7-11 carbon atoms, and the R² group consists of 0-90% saturated C₇-C₁₈ fatty acids, 0-90% oleic C_{18:1}, 10-100% linoleic (C_{18:2}), and 0-10% linolenic (C_{18:3}).

U. S. Patent 2,874,056 of Drew, issued February 17, 1959, discloses a triglyceride composition useful in margarines. The triglyceride is made from a combination of medium chain fatty acids (C_{8:0} through C_{12:0}) and palmitic acid (C_{16:0}).

The Captex 810 series of oils (Capital City Products, Dept. TR, P.O. Box 569, Columbus, OH 43216) contains random structure triglycerides that are made from mixtures of various ratios of long and medium chain fatty acids. The fatty acid compositions of these oils are as follows:

Fatty acid composition (weight %) of the Captex 810 series			
Captex series	Linoleic (C _{18:2})	Octanoic and Decanoic (C _{8:0} & C _{10:0})	Other
810A	10	80	10
810B	25	60	15
810C	35	46	19
810D	45	32	23

None of these references discloses or suggests the reduced calorie fats of the present invention, or the benefits associated therewith. For example, the Seiden patent discloses a margarine oil high in lauric acid. The object is improved eating quality and heat resistance, not calorie reduction. Additionally, lauric acid is metabolized differently from the medium chain (saturated C₆ to C₁₀) fatty acids used in the present invention.

Moreover, the references by Mendy et al., Babayan et al., Blackburn, Jandacek et al., etc., relate to fats useful as nutritional supplements. The fats of the present invention, on the other hand, combine a calorie reduction benefit with good taste. The prior references also have fatty acid compositions different from those of the present invention.

It is, therefore, an object of the present invention to provide fat compositions that are reduced in calories when compared to typical chain length triglycerides.

It is another object of the present invention to provide reduced calorie fats that can be used to make food and beverage products having excellent textural and organoleptic properties.

These and other objects of the present invention will become evident from the disclosure herein.

All parts, percentages, and ratios used herein are by weight unless otherwise indicated.

Summary of the Invention

The invention relates to a reduced calorie fat comprising at least about 15% by weight triglycerides selected from the group consisting of MML, MLM, LLM, and LML triglycerides, and mixtures thereof; wherein M = fatty acids selected from the group consisting of C₆ to C₁₀ saturated fatty acids, and mixtures thereof, and L = fatty acids selected from the group consisting of C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids, and mixtures thereof; and wherein the fat has the following fatty acid composition by weight percent:

- (a) from about 15% to about 70% C₆ to C₁₀ saturated fatty acids;
- (b) from about 10% to about 70% C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids;
- (c) not more than about 10% fatty acids selected from the group consisting of C_{12:0} and C_{14:0}, and mixtures thereof;
- (d) not more than about 20% fatty acids selected from the group consisting of C_{18:1}, C_{18:2}, C_{18:3}, and mixtures thereof; and
- (e) not more than 4% C_{18:2} fatty acids.

The reduced calorie fats have excellent organoleptic properties, and can be used in a wide variety of food products (e.g., salted and/or fried snacks, other snacks, desserts, baking mixes and other prepared mixes, processed meat products, frozen entrees, chocolate-type products, ice cream and other frozen desserts, salad dressings, frying and baking shortenings, salad oils, margarines, spreads, prewhipped toppings, peanut butter, frostings, confectionery fillings and other confectioneries, cookies, cakes, pie crusts, pastry crusts, breads and other baked goods, and other baking, cooking or frying products. The fats can also be used as pharmaceutical carriers.

Detailed Description of the Invention

Triglyceride fats made with long chain or very long chain saturated fatty acids are reduced in calories because the fatty acids are only poorly absorbed and metabolized by the body. However, the high melting point of these fatty acids gives them a waxy, unpalatable taste. For example, tristearin and tribehenin are low calorie fats, but they are seldom used in foodstuffs because of their waxiness. Therefore, there is a need for a means of making these waxy long chain fats into good-tasting fats that are still reduced in calories.

It has now been surprisingly found that fat compositions containing triglycerides made with a particular combination of saturated long chain fatty acids and saturated medium chain fatty acids provide good taste while still providing a reduction in calories. Thus, the present reduced calorie fats give the advantages of long chain triglycerides without their taste disadvantages.

This finding was unexpected for several reasons. When lauric acid is esterified to a saturated long chain triglyceride, the melting point of the triglyceride is lowered to some extent, but the triglyceride still tastes waxy because it does not melt at body temperature. By contrast, it has now been discovered that when medium chain fatty acids are esterified to such a triglyceride, the melting point of the triglyceride is lowered to a surprisingly much greater extent, so that the triglyceride melts below body temperature and does not taste waxy. This property is highly important for making acceptable foods.

Additionally, it was not clear in view of the prior art that when long chain fatty acids are combined with medium chain fatty acids on a triglyceride molecule, that the combination would provide a calorie reduction benefit. A methodology had to be developed to demonstrate a reduction in absorption.

The present invention is a reduced calorie fat comprising at least about 15% by weight reduced calorie triglycerides selected from the group consisting of MML, MLM, LLM, and LML triglycerides, and mixtures thereof; wherein M = fatty acids selected from the group consisting of C₆ to C₁₀ saturated fatty acids, and mixtures thereof, and L = fatty acids selected from the group consisting of C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids, and mixtures thereof; and wherein the fat has the following fatty acid composition by weight percent:

- (a) from about 15% to about 70% C₆ to C₁₀ saturated fatty acids;
- (b) from about 10% to about 70% C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids;
- (c) not more than about 10% fatty acids selected from the group consisting of C_{12:0} and C_{14:0}, and mixtures thereof;
- (d) not more than about 20% fatty acids selected from the group consisting of C_{18:1}, C_{18:2}, C_{18:3}, and mixtures thereof; and

(e) not more than 4% C_{18:2} fatty acids.

The key to the present reduced calorie fats is their combination of particular long chain fatty acid moieties with medium chain fatty acid moieties. As discussed above, the medium chain fatty acids lower the melting point of the fats, and different fatty acid combinations can be used to control the fats' physical properties for specific food applications. This results in a good-tasting fat having good mouthmelt, texture and flavor display.

Moreover, because they do not taste waxy, the present fats can be used in a wide variety of food products, and at higher concentration in the products to afford a greater calorie reduction. This is in contrast to the more limited use of a more waxy-tasting triglyceride, e.g., a triglyceride containing lauric acid and long chain fatty acids. This nonwaxy taste benefit is particularly evident in chocolate products made with preferred reduced calorie fats of the present invention. As measured by differential scanning calorimetry (DSC), chocolate products containing these preferred fats are completely melted at a temperature of from 94° to 96° F. Most of the melting of these chocolate products also occurs in the fairly narrow temperature range of from 80 to 94° F.

Another advantage of the present fats is that they contain only limited amounts of saturated C₁₂ to C₁₆ fatty acids. Ingestion of large amounts of these fatty acids is known to promote hypercholesterolemia.

The present fat compositions also provide some of the benefits of medium chain triglycerides. For example, the medium chain fatty acids are readily hydrolyzed from the triglycerides. These hydrolyzed medium chain fatty acids are absorbed and then transported directly to the liver (via the hepatic portal vein) where they are extensively oxidized to provide a rapid energy source.

The reduced calorie fats can be used as a partial or complete replacement for the fat component in food products, permitting at least about 10% reduction in calories, and preferably at least about 30% reduction in calories over typical chain length triglycerides (i.e., corn oil), and usually between about 20% and 50% reduction in calories.

For the purposes of the present invention, the reduction in calories provided by the present reduced calorie fats is based on the net energy gain (in Kcal) of rats that have ingested a diet containing the reduced calorie fats, relative to the net energy gain (in Kcal) of rats that have ingested an identical diet, but containing corn oil instead of the reduced calorie fat. The test diets used are nutritionally adequate to support both maintenance and growth of the rats. Total food intake and fat/oil intake are also matched between the two diet groups so that differences in net carcass energy gain are due entirely to the utilizable energy content of the fat/oil. "Net energy gain" is based on the total carcass energy (in Kcal) of the rat fed the test diet for some period of time (usually 4 weeks), reduced by the mean starting carcass energy (in Kcal) determined from a study of a different group of rats of the same sex, strain, and similar body weight fed a test diet that does not contain the fat/oil. "Total carcass energy" is determined by the dry carcass energy per gram (Kcal per gram) multiplied by the dry weight of the carcass (in grams). "Carcass energy per gram" is based on the carcass energy (in Kcal) as determined by bomb calorimetry of a homogeneous sample of the total dry carcass. All of these energy values are the average of a representative sample of rats (i.e., 10 rats).

By "medium chain fatty acids," as used herein, is meant C_{6:0} (caproic), C_{8:0} (caprylic), or C_{10:0} (capric) fatty acids, or mixtures thereof. The C₇ and C₉ saturated fatty acids are not commonly found, but they are not excluded from the possible medium chain fatty acids. The present medium chain fatty acids do not include lauric acid (C_{12:0}), sometimes referred to in the art as a medium chain fatty acid.

By "long chain fatty acids," as used herein, is meant C_{17:0} (margaric), C_{18:0} (stearic), C_{19:0} (nonadecylic), C_{20:0} (arachidic), C_{21:0} (heneicosanoic), C_{22:0} (behenic), C_{23:0} (tricosanoic), C_{24:0} (lignoceric), C_{25:0} (pentacosanoic), or C_{26:0} (cerotic) fatty acids, or mixtures thereof.

In the above listing of fatty acid moieties, the common name of the fatty acid is given following its C_{x:y} designation (wherein x is the number of carbon atoms, and y is the number of double bonds).

By "MML," as used herein, is meant a triglyceride containing a long chain fatty acid in the #1 or #3 position (an end position) with two medium chain fatty acids in the remaining two positions. The absorption of long chain fatty acids is generally reduced in the end positions. Similarly, "MLM" represents a triglyceride with a long chain fatty acid in the #2 position (the middle position) and two medium chain fatty acids in the #1 and #3 positions. "LLM" represents a triglyceride with a medium chain fatty acid in the #1 or #3 position and two long chain fatty acids in the remaining two positions, and "LML" represents a triglyceride with a medium chain fatty acid in the #2 position and two long chain fatty acids in the #1 and #3 positions.

By "stearic MCT," as used herein, is meant a mixture of triglycerides according to the present invention that have been prepared by combining predominantly stearic acid (C_{18:0}) and medium chain fatty acids in

some manner, for example by random rearrangement of tristearin and medium chain triglycerides. The stearic MCT will contain predominantly stearic acid as the long chain fatty acid. By "behenic MCT" is meant a mixture of triglycerides that have been prepared by combining predominantly behenic acid (C_{22:0}) and medium chain fatty acids, for example by random rearrangement of tribehenin and medium chain triglycerides. By "stearic/behenic MCT" is meant a mixture of triglycerides that have been prepared by combining predominantly stearic acid, behenic acid, and medium chain fatty acids.

The present reduced calorie fat comprising triglycerides having combinations of medium and long chain fatty acids will preferably contain not more than about 5% by weight C_{8:0} fatty acid, and most preferably not more than about 0.5%. It is also preferred that the fat contain not more than about 7% by weight saturated C₂₄ to C₂₆ fatty acids, and most preferably not more than about 1%. Preferred reduced calorie fats of the present invention comprise from about 30 to about 55% by weight C₈ to C₁₀ saturated fatty acids and from about 30 to about 55% by weight C₁₈ to C₂₂ saturated fatty acids.

Stearic MCT's according to the present invention will preferably have a carbon number profile of at least about 55% C₃₄ to C₃₈, and contain at least about 40% by weight C₆ to C₁₀ saturated fatty acids and about 35% to about 50% by weight C₁₈ saturated fatty acid.

The reduced calorie fat of the present invention can contain limited amounts of other fatty acids besides medium and long chain fatty acids, without losing the benefits of the invention. As indicated above, small amounts of C_{12:0}, C_{14:0}, C_{18:1}, C_{18:2} and C_{18:3} fatty acids can be present.

Palmitic acid (C_{16:0}) is about 95% absorbed by the body, while the longer chain fatty acids are less absorbed. Therefore, it is preferred that the present reduced calorie fat contain not more than about 10% by weight C_{18:0} fatty acid.

In another preferred embodiment, the reduced calorie fat will contain not more than about 6% by weight fatty acids selected from the group consisting of C_{18:1}, C_{18:2}, C_{18:3}, and mixtures thereof, more preferably no more than about 1%, and most preferably not more than about 0.5%. Preferred reduced calorie fats also contain not more than about 3%, and more preferably no more than about 1%, by weight fatty acids selected from the group consisting of C_{12:0} (lauric) and C_{14:0} (myristic), and mixtures thereof. Whereas the medium chain fatty acids (C₆ to C₁₀) are absorbed by the body via the portal vein, lauric and myristic are absorbed via the lymphatic system. Lauric and myristic also result in more fat deposition than medium chain fatty acids.

For optimum taste and calorie reduction, it is also preferred that the reduced calorie fats of the present invention comprise at least about 30% by weight of the triglycerides containing combinations of medium and long chain fatty acids (i.e., MML, MLM, LLM and LML triglycerides), more preferably at least about 50% by weight of these triglycerides, and most preferably at least about 80% by weight of these triglycerides. Preferred reduced calorie fats of the present invention comprise at least about 10% by weight of a mixture of MML and MLM triglycerides, more preferably at least about 35% by weight of such combined triglycerides, and most preferably at least about 70% by weight of such combined triglycerides. Preferred reduced calorie fats also comprise not more than about 90% by weight combined LLM and LML triglycerides, more preferably not more than about 65% by weight LLM and LML triglycerides, and most preferably not more than about 30% by weight combined LLM and LML triglycerides. For most uses, these preferred reduced calorie fats also comprise minimized levels of MMM triglycerides and LLL triglycerides. By "MMM," as used herein, is meant a triglyceride containing medium chain saturated fatty acid residues at all three positions. Similarly, "LLL" represents a triglyceride containing long chain saturated fatty acid residues at all three positions. These preferred reduced calorie fats comprise not more than about 15% by weight, more preferably not more than about 10% by weight, and most preferably not more than about 5% by weight MMM triglycerides. These preferred reduced calorie fats also comprise not more than about 5% by weight, more preferably not more than about 2% by weight, and most preferably not more than about 1% by weight LLL triglycerides. However, for ice creams and ice cream coatings, these reduced calorie fats preferably comprise from about 10 to about 15% by weight MMM triglycerides.

Certain reduced calorie fats of the present invention are particularly preferred for chocolate and other confectionery products. These particularly preferred reduced calorie fats comprise at least about 93% by weight of a mixture of MML and MLM triglycerides, more preferably at least about 96% by weight of such combined triglycerides, and most preferably at least about 97% by weight of such combined triglycerides. These preferred reduced calorie fats also comprise not more than about 7% by weight combined LLM and LML triglycerides, more preferably no more than about 4% by weight LLM and LML triglycerides, and most preferably no more than about 2.5% by weight combined LLM and LML triglycerides. These particularly preferred reduced calorie fats further comprise no more than about 1%, preferably no more than about 0.5% and most preferably no more than about 0.2% by weight MMM triglycerides, and no more than about 2% by weight, preferably no more than about 1% by weight and most preferably no more than about 0.5%

by weight LLL triglycerides.

These preferred fats for chocolate and other confectionery products also have the following preferred and most preferred carbon number profiles (CNP).

CNP	PREFERRED (%)	MOST PREFERRED (%)
30 or lower	< 0.4	< 0.2
34	< 0.3	< 0.2
36	< 3.5	< 2.5
38	22-42	25-40
40	32-55	40-50
42	5-30	12-25
44	< 1.5	< 1.2
46	< 1	< 0.6
48	< 0.8	< 0.7
50	< 0.6	< 0.5
52	< 0.4	< 0.3
54 or higher	< 0.9	< 0.4

Table 1 below illustrates some of the possible triglyceride variations within the MML/MEM and LLM/LML groups. Combinations of different medium and long-chain fatty acids on the triglycerides are correlated with the carbon numbers of the triglycerides. (The list is not meant to be exhaustive.) The table shows that a wide variety of triglycerides exist at a given carbon number (CNP).

Table 1

Some of the Possible Triglyderides of Medium*
and Saturated Long Chain** Fatty Acids

5

	<u>CNP</u>	<u>MLM & LMM</u>				
	34	8-8-18	6-8-20	6-6-22	8-10-16	
10		8-18-8	6-20-8	6-22-6	8-16-10	
			8-6-20		10-8-16	
	36	8-10-18	8-8-20	6-10-20	6-8-22	6-6-24
		8-18-10	8-20-8	6-20-10	6-22-8	6-24-6
15		10-8-18		10-6-20	8-6-22	10-10-16
						10-16-10
	38	10-10-18	8-10-20	8-8-22	8-6-24	6-10-22
		10-18-10	8-20-10	8-22-8	8-24-6	6-12-20
			10-8-20		6-8-24	6-22-10
					10-6-22	12-6-20
20	40	8-10-22	10-10-20	8-8-24	6-10-24	
		8-22-10	10-20-10	8-24-8	6-24-10	
		10-8-22			10-6-24	
	42	10-10-22	8-10-24			
25		10-22-10	8-24-10			
			10-8-24			
	44	10-10-24				
30		10-24-10				

*Saturated medium chain fatty acids (M) chain length:
6, 8, 10.

**Saturated long chain fatty acids (L) chain length:
16, 18, 20, 22, 24. (While palmitic acid (C₁₆) is
 35 included here as a long chain fatty acid for illustra-
 tion purposes, it is not within the claim definition
 of a long chain fatty acid.)

40

45

50

55

LLM & LML

5	38	6-16-16 16-6-16			
	40	6-16-18 6-18-16 16-6-18	8-16-16 16-8-16		
10	42	6-18-18 18-6-18	8-16-18 8-18-16 16-8-16		
15	44	6-18-20 6-20-18 20-6-18	6-16-22 6-22-16 16-6-22	8-18-18 18-8-18	
20	46	10-16-20 16-20-10 16-10-20	6-18-22 18-22-6 18-6-22	8-16-22 16-22-8 16-8-22	
25		8-18-20 18-20-8 18-8-20	6-16-24 16-24-6 16-6-24	6-20-20 20-6-20	18-10-18 18-18-10
	48	8-18-22 18-22-8 18-8-22	8-16-24 16-24-8 16-8-24	10-18-20 18-20-10 18-10-20	
30		6-18-24 18-24-6 18-6-24	10-16-22 16-22-10 16-10-22	6-20-22 20-22-6 20-6-22	
35	50	8-20-22 20-22-8 20-8-22	18-18-22 18-22-10 18-10-22	6-22-22 22-6-22	
40		10-16-24 16-24-10 16-10-24	6-20-24 20-24-6 20-6-24	8-18-24 18-24-8 18-8-24	
45	52	10-20-22 20-22-10 20-10-22	10-18-24 18-24-10 18-10-24	8-22-22 22-8-22	
		6-22-24 22-24-6 22-6-24	8-20-24 20-24-8 20-10-24		

50 Mono-long chain triglycerides according to the present invention are preferred over di-long chain triglycerides in some food applications, for example in cooking oils. Molecular distillation can separate MMLMLM from LLM/LML-type triglycerides, and can shift the composition in carbon number concentration, but it cannot fractionate the triglycerides according to their carbon numbers. Because the composition greatly affects the melting point of triglycerides, fractionation by molecular distillation is an important tool.

55 Non-solvent or solvent crystal fractionation can also fractionate LMM/MLM-type triglycerides from the higher melting LLM/LML triglycerides. The behenic MCT's fractionate without a solvent at about 70 °F (21 °C), while the stearic or stearic:behenic MCT's fractionate at about 60 °F (16 °C). Crystallization and filtration are usually repeated two or three times.

Uses of Reduced Calorie Fats

The reduced calorie fats of the present invention can be used as a partial or total replacement for normal triglyceride fat in any fat-containing food composition comprising fat and nonfat ingredients to provide reduced calorie benefits. In order to obtain a significant reduction in calories, it is necessary that at least about 50% of the total fat in the food composition, or at least about 20% of the caloric value of the food, comprise the reduced calorie fat. On the other hand, very low calorie and thus highly desirable food compositions of the invention are obtained when the total fat comprises up to 100% of the reduced calorie fat of this invention, and up to about 50% of the calories.

The present reduced calorie fats are useful in a wide variety of food and beverage products. For example, the fat materials can be used in the production of baked goods in any form, such as mixed, shelf-stable baked goods, and frozen baked goods. Possible applications include, but are not limited to, cakes, brownies, muffins, bar cookies, wafers, biscuits, pastries, pies, pie crusts, and cookies, including sandwich cookies and chocolate chip cookies, particularly the storage-stable dual-textured cookies described in U.S. Patent 4,455,333 of Hong & Brabbs. The baked goods can contain fruit, cream, or other fillings. Other baked good uses include breads and rolls, crackers, pretzels, pancakes, waffles, ice cream cones and cups, yeast-raised baked goods, pizzas and pizza crusts, baked farinaceous snack foods, and other baked salted snacks.

In addition to their uses in baked goods, the reduced calorie fats can be used alone or in combination with other regular calorie fats and oils to make shortening and oil products. Suitable sources of regular fats and oils include, but are not limited to: 1) vegetable fats and oils such as soybean, corn, sunflower, rapeseed, low erucic acid rapeseed, canola, cottonseed, olive, safflower, and sesame seed, 2) meat fats such as tallow or lard; 3) marine oils; 4) nut fats and oils such as coconut, palm, palm kernel, or peanut; 5) milkfat; 6) cocoa butter and cocoa butter substitutes such as shea, or illipe butter; and 7) synthetic fats. Shortening and oil products include, but are not limited to, shortenings, margarines, spreads, butter blends, lards, [cooking and frying oils,] salad oils, popcorn oils, salad dressings, mayonnaise, and other edible oils.

The present reduced calorie fats can also be fortified with vitamins and minerals, particularly the fat-soluble vitamins. U.S. Patent 4,034,083 of Mattson (incorporated by reference herein) discloses polyol fatty acid polyesters fortified with fat-soluble vitamins. The fat-soluble vitamins include vitamin A, vitamin D, vitamin E, and vitamin K. Vitamin A is a fat-soluble alcohol of the formula $C_{20}H_{29}OH$. Natural vitamin A is usually found esterified with a fatty acid, metabolically active forms of vitamin A also include the corresponding aldehyde and acid. Vitamin D is a fat-soluble vitamin well known for use in the treatment and prevention of rickets and other skeletal disorders. "Vitamin D" comprises sterols, and there are at least 11 sterols with vitamin D-type activity. Vitamin E (tocopherol) is a third fat-soluble vitamin which can be used in the present invention. Four different tocopherols have been identified (alpha, beta, gamma and delta), all of which are oily, yellow liquids, insoluble in water but soluble in fats and oils. Vitamin K exists in at least three forms, all belonging to the group of chemical compounds known as quinones. The naturally occurring fat-soluble vitamins are K₁ (phyloquinone), K₂ (menaquinone), and K₃ (menadione). The amount of the fat-soluble vitamins employed herein to fortify the present reduced calorie fat materials can vary. If desired, the reduced calorie fats can be fortified with a recommended daily allowance (RDA), or increment or multiple of an RDA, of any of the fat-soluble vitamins or combinations thereof.

Vitamins that are nonsoluble in fat can similarly be included in the present reduced calorie fats. Among these vitamins are the vitamin B complex vitamins, vitamin C, vitamin G, vitamin H, and vitamin P. The minerals include the wide variety of minerals known to be useful in the diet, such as calcium, magnesium, and zinc. Any combination of vitamins and minerals can be used in the present reduced calorie fat.

The present reduced calorie fats are particularly useful in combination with particular classes of food and beverage ingredients. For example, an extra calorie reduction benefit is achieved when the fat is used with noncaloric or reduced calorie sweeteners alone or in combination with bulking agents. Noncaloric or reduced calorie sweeteners include, but are not limited to, aspartame; saccharin; alitame; thaumatin; dihydrochalcones; cyclamates; steviosides; glycyrrhizins; synthetic alkoxy aromatics, such as Dulcin and P-4000; sucrose; suosan; miraculin; monellin; sorbitol, xylitol; talin; cyclohexylsulfamates; substituted imidazoines; synthetic sulfamic acids such as acesulfame, acesulfam-K and n-substituted sulfamic acids; oximes such as periltartine; rebaudioside-A; peptides such as aspartyl malonates and succinilic acids; dipeptides; amino acid based sweeteners such as gem-diaminoalkanes, meta-aminobenzoic acid, L-aminodicarboxylic acid alkanes, and amides of certain alphaaminodicarboxylic acids and gem-diamines; and 3-hydroxy-4-alkyloxyphenyl aliphatic carboxylates or heterocyclic aromatic carboxylates.

Bulking or bodying agents are useful in combination with the reduced calorie fats in many food compositions. The bulking agents can be nondigestible carbohydrates, for example, polydextrose and

cellulose or cellulose derivatives, such as carboxymethylcellulose, carboxyethylcellulose, hydroxypropylcellulose, methylcellulose and microcrystalline cellulose. Other suitable bulking agents include gums (hydrocolloids), starches, dextrins, fermented whey, tofu, maltodextrins, polyols, including sugar alcohols, e.g. sorbitol and mannitol, and carbohydrates, e.g. lactose.

5 Similarly, food and beverage compositions can be made that combine the present reduced calorie fats with dietary fibers to achieve the combined benefits of each. By "dietary fiber" is meant complex carbohydrates resistant to digestion by mammalian enzymes, such as the carbohydrates found in plant cell walls and seaweed, and those produced by microbial fermentation. Examples of these complex carbohydrates are brans, celluloses, hemicelluloses, pectins, gums and mucilages, seaweed extract, and biosyn-
10 thetic gums. Sources of the cellulosic fiber include vegetables, fruits, seeds, cereals, and man-made fibers (for example, by bacterial synthesis). Commercial fibers such as purified plant cellulose, or cellulose flour, can also be used. Naturally occurring fibers include fiber from whole citrus peel, citrus albedo, sugar beets, citrus pulp and vesicle solids, apples, apricots, and watermelon rinds.

These dietary fibers may be in a crude or purified form. The dietary fiber used may be of a single type
15 (e.g. cellulose), a composite dietary fiber (e.g. citrus albedo fiber containing cellulose and pectin), or some combination of fibers (e.g. cellulose and a gum). The fibers can be processed by methods known to the art.

The reduced calorie fats can also contain minor amounts of optional flavorings, emulsifiers, anti-spattering agents, anti-sticking agents, anti-oxidants, or the like.

Of course, judgment should be exercised to make use of appropriate reduced calorie fats and
20 combinations of these fats compositions with other food ingredients. For example, a combination of sweetener and fat would not be used where the specific benefits of the two are not desired. The fat and fat ingredient combinations are used where appropriate, and in the proper amounts.

Many benefits are obtained from the use of the present reduced calorie fats in food and beverage compositions, either when used alone or in combination with the ingredients discussed above. A primary
25 benefit is the calorie reduction achieved when the fat is used as a total or partial fat replacement. This calorie reduction can be increased by using combinations of the present fat compositions with reduced calorie sweeteners, bulking agents, or other reduced calorie or noncaloric fats. Another benefit which follows from this use is a decrease in the total amount of fats in the diet. Foods or beverages made with the reduced calorie fats instead of triglyceride fats will also contain less cholesterol, and the ingestion of these
30 foods can lead to reduced serum cholesterol and thus reduced risk of heart disease.

A related benefit is that the use of the reduced calorie fats allows the production of foods and beverages that are stable in terms of shelf stability and penetration stability. Compositions made with the reduced calorie fats have acceptable organoleptic properties, particularly taste and texture.

Dietary foods can be made with the reduced calorie fats to meet special dietary needs, for example, of
35 persons who are obese, diabetic, or hypercholesterolemic. The reduced calorie fat can be a major part of a low-fat, low-calorie, low-cholesterol diet, and they can be used alone or in combination with drug therapy or other therapy. Combinations of food or beverage products made with the reduced calorie fat can be used as part of a total dietary management regimen, based on one or more of these products, containing the reduced calorie fat alone or in combination with one or more of the above-mentioned ingredients, to provide
40 one or more of the above-mentioned benefits.

This discussion of the reduced calorie fats uses, combinations, and benefits, is not intended to be limiting or all-inclusive. It is contemplated that other similar uses and benefits can be found that will fall within the spirit and scope of this invention.

45

Method of Preparation

The triglycerides used in the reduced calorie fats of the present invention can be prepared by a wide variety of techniques such as:

- 50 (a) random rearrangement of long chain triglycerides (e.g. tristearin or tribehenin) and medium chain triglycerides;
- (b) esterification of glycerol with a blend of the corresponding fatty acids;
- (c) transesterification of a blend of medium and long chain fatty acid methyl esters with glycerol; and
- (d) transesterification of long chain fatty acid glycerol esters (e.g., glyceryl behenate) with medium
55 chain triglycerides.

Random rearrangement of triglycerides is well-known in the art, as is the esterification of glycerol with fatty acids. For discussions on these subjects, see Hamilton et al., Fats and Oils: Chemistry and

Technology, pp. 93-96, Applied Science Publishers Ltd., London (1980), and Swern, Bailey's Industrial Oil and Fat Products, 3d ed., pp. 941-943 and 958-965 (1964), both disclosures incorporated by reference herein. Transesterification is also discussed generally in Bailey's at pp. 958-963.

5 Fatty acids per se or naturally occurring fats and oils can serve as sources of fatty acids for preparing the reduced calorie triglycerides. For example, hydrogenated soybean oil and hydrogenated high erucic acid rapeseed oil are good sources of stearic and behenic acid, respectively. Odd chain length long chain saturated fatty acids can be found in ceratin marine oils. Medium chain saturated fatty acids can be obtained from coconut, palm kernel, or babassu oils. They can also be obtained from commercial medium chain triglycerides, such as the Captex 300 brand sold by Capital City Products of Columbus, Ohio.

10 The tribehenin, useful for making the present triglycerides, can be made from behenic acid or from fractionated methyl behenate by esterification of the acid, or by transesterification of the methyl behenate with glycerol. More importantly, blends of behenic acid and medium chain fatty acids can be esterified with glycerol. Other long chain fatty acids (C₁₈, C₂₀, etc.) can be part of the process. Similarly, methyl ester blends can also be interesterified with glycerol.

15 The present reduced calorie fats are generally made by blending the above-described triglycerides with additional fat or oil ingredients. However, the invention is not limited by the method of preparation; other methods known to the art for making fats or oils can also be used. The fats can be refined, bleached, deodorized, or processed in other ways not inconsistent with the purposes of the invention.

20 The reduced calorie fats can be modified to satisfy specific product performance requirements by additional fractionation. Solvent and non-solvent crystal fractionation or fractional distillation methods (e.g. molecular distillation as described above) can be applied to optimize performance. Standard fractionation methods are discussed in Applewhite, Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Vol. 3, 4th ed. (1985), pp. 1-39, John Wiley & Sons, New York, incorporated by reference herein.

25 Fractional distillation of the present reduced calorie fats is not limited to molecular distillation, but can also include conventional distillation (continuous or batch). After synthesis of the fats, it is common to use a conventional batch distillation technique to remove most of the excess medium chain triglycerides, and then continue with molecular distillation. The vacuum requirements are not as strict, and the temperature used can be higher in conventional distillation versus molecular distillation. The conventional distillation temperature is generally between 405° F (207° C) and 480° F (249° C). The absolute pressure is less than 8 mm Hg, more preferably less than 2 mm Hg. The distillation is aided by sparging with steam, nitrogen or other inert gas (e.g., CO₂). The distillation is carried out to remove part of the excess MCT, most of the excess MCT, or to distill also the mono-long chain (MLM and LMM) components.

30 Crystal fractionation of the fats can be carried out with and without solvents, with and without agitation. The crystal fractionation can be repeated several times. Crystal fractionation is particularly effective to remove high melters. Fractionation of behenic MCT without solvents can be used to remove carbon number 50 and 52 LLM and LML components, which in turn alters the melting profile of the fat.

-40 Analytical Methods

A. 1 CNP-HPLC Method

45 The carbon number profile of the triglycerides of the present invention can be measured by high performance liquid chromatography (HPLC). The method also measures the percentages of medium chain triglycerides, mono-long chain and di-long chain triglycerides. A triglyceride sample to be analyzed is injected on a reverse phase liquid chromatograph (LC) equipped with a mass (evaporative light scattering) detector. A linear gradient of increasing methylene chloride in acetonitrile is used to separate all of the triglycerides based on fatty acid chain length. Retention time increases with increasing fatty acid chain length. Thus, medium chain triglycerides are eluted first, followed by mono-long chain and then di-long chain triglycerides.

55 Apparatus

Dispensers

1 mL, American Scientific
#P4952-1, or equivalent,
American Scientific Products,
1430 Waukegan Rd., McGaw
Park, IL 60085

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

5	Pasteur pipets, glass	Fisher #13-678-7A, or equivalent, Fisher Scientific Co., 203 Fisher Bldg., Pittsburgh, PA 15219
	Vials, glass	2 dram with foil-lined cap
10	Autosampler vials	2 mL, Fisher #03-340-SG, Fisher Scientific Co.
	Vial caps	PTFE Rubber, Fisher #03-340- 13C, Fisher Scientific Co.
15	LC columns	2 Beckman Ultrasphere ODS, 5 um, 0.46 cm i.d. x 25 cm, Beckman Instruments, Inc., 2500-T Harbor Blvd., Fullerton, CA 92634
20	LC system	Hewlett-Packard 1090L with Ternary DR5 pump, variable volume injector, autosampler, heated column compartment and column switching valve, 25 Hewlett-Packard Co., Scientific Instruments Div., 1601-T California Ave., Palo Alto, CA 94304
30	Mass detector	Applied Chromatography Systems #750/14, Varex Corp., 12221 Parklane Dr., Rockville, MD 20852
35	Recorder	Kipp & Zonen #BD40, or equivalent, Kipp & Zonen, Div. of Enraf-Nonius, 390-T Central Ave., Bohemia, NY 11716
40	Laboratory Automation System (LAS)	Hewlett-Packard 3357, or equivalent, Hewlett-Packard Co., Scientific Instruments Div.
45	Filters	Gelman #4451, 0.2 um, or equivalent, Gelman Instrument Co., 605-T S. Wagner Rd., Ann Arbor, MI 48106
50	Solvent Clarification kit	Waters #85124, Waters Instruments, Inc., 2411-T 7th St. N.W., Rochester, MN 55901
55	Syringe	5 ml, disposable, Fisher #14-823-200, or equivalent, Fisher Scientific Co.

Reagents

5	Methylene chloride	Burdick and Jackson, UV Grade, American Scientific #300-4L, American Scientific Products
10	Acetonitrile	Burdick and Jackson, UV Grade, American Scientific #015-4L, American Scientific Products

Sample Preparation

1. Weigh 0.1 g of the melted sample into a 2 dram vial.
2. Dispense 1 mL of methylene chloride into vial and mix thoroughly.
3. Filter the sample solution through a 0.2 um filter into an autosampler vial.

20

LAS Method and Sequence Preparation

1. Set up the integration method, referring to the HP-3357 Quick Reference Guide for instructions. The calibration table is shown in Table 2.
2. Set up a LAS sample sequence for the appropriate number of samples. Refer to the Reference Guide as necessary.

30

35

40

45

50

55

Table 2

Calibration Table				
	Time	Factor	Amount	Peak Name
1.	3.48	1.000000	1.000000	C22
2.	3.80	1.000000	1.000000	C24
3.	4.18	1.000000	1.000000	C26
4.	4.30	1.000000	1.000000	C28
5.	4.65	1.000000	1.000000	C30
6.	5.32	1.000000	1.000000	C32
7.	6.01	1.000000	1.000000	C34
8.	6.80	1.000000	1.000000	C36
9.	7.87	1.000000	1.000000	C38
10.	8.98	1.000000	1.000000	C40
11.	10.31	1.000000	1.000000	C42
12.	11.88	1.000000	1.000000	C44
13.	13.49	1.000000	1.000000	C46
14.	15.35	1.000000	1.000000	C48
15.	17.28	1.000000	1.000000	C50
16.	19.49	1.000000	1.000000	C52
17.	21.60	1.000000	1.000000	C54
18.	23.87	1.000000	1.000000	C56
19.	26.18	1.000000	1.000000	C58
20.	28.50	1.000000	1.000000	C60
21.	30.77	1.000000	1.000000	C62
22.	33.03	1.000000	1.000000	C64
23.	35.24	1.000000	1.000000	C66

LC OperationA. Start-up

1. Turn on power for the HP1090.
2. Filter all solvents with filtration apparatus.
3. Fill reservoirs with filtered solvent; reservoir A contains acetonitrile and reservoir B contains methylene chloride. Open helium toggle valve on back of LC and degas solvents for at least 5-10 minutes. Close helium toggle valve.
4. Set the mass detector to the following settings:
 Attenuation: 2
 Photomultiplier: 2
 Time Constant: 5
 Evaporator Setting: 50
 Nitrogen: 12 psi
5. Set up the mobile phase gradient method in Table 3 on the HP1090 as necessary. Refer to HP1090 Operator's Handbook for programming directions. Once the method is programmed, it will remain in the memory until it is erased, even with power off or instrument unplugged.

Table 3Mobile Phase Gradient Program

METHOD 1

TMCT

5 SDS CONFIG A = 1 B = 1 C = 0
 FLOW = 2
 %B=35 C = 0
 OVEN = 40 INJ VOL = 10 SLOWDOWN = 5
 MAX PRESS = 300
 10 MIN PRESSS = 0
 STOP TIME = 40.1
 POST TIME 5
 COLUMN SWITCH = 0
 E = 0 0 0 0
 15 AT 0 E4 = 1
 AT 0 %B = 35 %C = 0
 AT .1 E4 = 0
 AT 40 %B = 55 %C = 0

20

B. Autosampler Operation

1. Place the filled autosampler vials in autosampler holders starting with space "0". Autosampler starts numbering with "0" and the LAS starts numbering with "1", thus the sequence numbers are shifted by one.
- 25 2. Program and start the autosampler for number of injections, refer to handbook.

Reference Standards

30

A reference standard is used to insure proper LC/detector operation and to verify the identification of the triglyceride peaks. Typically, a well-characterized material is used. When such material is not available, a commercial material such as Nu Chek Prep 50A and 51A can be substituted (Nu Chek Prep, Inc., P.O. Box 172, Elysian, MN 56028). The reference standard is analyzed each day prior to sample analyses.

35

Results

1. As each sample is analyzed, the LAS will generate a report according to the instructions of the integration method (Table 2). The report lists peak number, retention time, and area percent for a given carbon number of the triglyceride sample.
2. Since retention times of peaks will shift as a function of column usage, verify the proper identification of the reference standards peaks. If peaks are mislabelled, modify the retention time table of the integration method and reanalyze the sequence to generate the new reports.
- 45 3. A chromatogram is often helpful to understand the data. Use CPlot to generate a chromatogram.

2. CNP-GC Method

- 50 The carbon number profile (CNP) of triglycerides of the present invention can also be determined by programmed temperature-gas chromatography (GC) using a short fused silica column coated with methyl silicone for analysis and characterization of the composition by molecular weight. The glycerides are separated according to their respective carbon numbers, wherein the carbon number defines the total number of carbon atoms on the combined fatty acid residues. The carbon atoms on the glycerol molecule are not counted. Glycerides with the same carbon number will elute as the same peak. For example, a triglyceride composed of three C₁₅ (palmitic) fatty acid residues will co-elute with triglycerides made up of one C₁₄ (myristic), one C₁₆ and one C₁₈ (stearic) fatty acid residue or with a triglyceride composed of two C₁₄ fatty acid residues and one C₂₀ (arachidic) fatty acid residue.
- 55

Preparation of the fat sample for analysis is as follows: 1.0 ml. of a tricaprin internal standard solution (2 microg. ml.) is pipetted into a vial. The methylene chloride solvent in the standard solution is evaporated using a steam bath under a nitrogen stream. Two drops of the fat sample (20 to 40 microg.) are pipetted into a vial. If the fat sample is solid, it is melted on a steam bath and stirred well to insure a representative sample. 1.0 ml. of bis (trimethylsilyltrifluoroacetamide) (BSTFA) is pipetted into the vial which is then capped. The contents of the vial are shaken vigorously and then placed in a beating block (temperature of 100 °C) for about 5 minutes.

For determining the CNP-GC of the prepared fat samples, a Hewlett-Packard 5880A series gas chromatograph equipped with temperature programming and a hydrogen flame ionization detector is used together with a Hewlett-Packard 3351B data system. A 2 m. long, 0.22 mm. diameter fused silica capillary column coated with a thin layer of methyl silicone (Chrompak CP-SIL 5) is also used. The column is heated in an oven where temperature can be controlled and increased according to a specified pattern by the temperature programmer. The hydrogen flame ionization detector is attached to the outlet port of the column. The signal generated by the detector is amplified by an electrometer into a working input signal for the data system and recorder. The recorder prints out the gas chromatograph curve and the data system electronically integrates the area under the curve. The following instrument conditions are used with the gas chromatograph:

Septum purge	1 ml./min.
Inlet pressure	5 lbs./in. ²
Vent flow	75 ml./min.
Makeup carrier	30 ml./min.
Hydrogen	30 ml./min.
Air	400 ml./min.

1.0 microl. of the prepared fat sample is taken by a gas-tight syringe and injected into the sample port of the gas chromatograph. The components in the sample port are warmed up to a temperature of 365 °C and swept by a helium carrier gas to push the components into the column. The column temperature is initially set at 175 °C and held at this temperature for 0.5 min. The column is then heated up to a final temperature of 355 °C at a rate of 25 °C/min. The column is maintained at the final temperature of 355 °C for an additional 2 min.

The chromatographic peaks generated are then identified and the peak areas measured. Peak identification is accomplished by comparison to known pure glycerides previously programmed into the data system. The peak area as determined by the data system is used to calculate the percentage of glycerides having a particular Carbon Number (C_N) according to the following equation:

$$\% C_N = (\text{Area of } C_N / S) \times 100$$

wherein S = sum of Area of C_N for all peaks generated.

The Area of C_N is based upon the actual response generated by the chromatograph multiplied by a response factor for glycerides of the particular Carbon Number. These response factors are determined by comparing the actual responses of a mixture of pure glycerides of various Carbon Numbers to the known amounts of each glyceride in the mixture. A glyceride generating an actual response greater than its actual amount has a response factor less than 1.0; likewise, a glyceride generating a response less than that of its actual amount has a response factor of greater than 1.0. The mixture of glycerides used (in a methylene chloride solution) is as follows:

Component	Carbon No.	Amount (mg./ml.)
Palmitic acid	16	0.5
Monopalmitin	16	0.5
Monostearin	18	0.5
Dipalmitin	32	0.5
Palmitostearin	34	0.5
Distearin	36	0.5
Tripalmitin	48	1.5
Dipalmitostearin	50	1.5
Distearopalmitin	52	1.5
Tristearin	54	1.5

B. Fatty Acid Composition

Principle

The fatty acid composition of the triglycerides comprising the reduced calorie fat of the present invention is measured by gas chromatography. First, fatty acid ethyl esters of the triglycerides are prepared by any standard method (e.g., by transesterification using sodium ethoxide), and then separated on a capillary column which is coated with DB-WAX stationary phase. The fatty acid ethyl esters are separated by chain length and degree of unsaturation. A split injection is made with flame ionization detection. Quantitation is performed by use of a double internal standard method. This method can separate fatty acid ethyl esters from C6 to C24.

Equipment

Gas Chromatograph	Hewlett-Packard 5890, or equivalent, equipped with a split injector and flame ionization detector, Hewlett-Packard Co., Scientific Instruments Div., 1601-T California Ave., Palo Alto, CA 94304
Autosampler Injector column	Hewlett-Packard 7673A, or equivalent
Column	15 m x 0.25 mm I.D., fused silica capillary column coated with DB-WAX (0.25 micron film thickness), Hewlett-Packard Co., Scientific Instruments Div.
Data System	Hewlett-Packard 3350, 3000-T Hanover St., Palo Alto, CA 94304
Recorder	Kipp & Zonen, BD40, Kipp & Zonen

Reagent

Hexane

Burdick & Jackson, or
equivalent, American
Scientific ProductsReference Standards

Two reference standards are used each day of operation to verify proper operation of this method. 1) A reference mixture of fatty acid methyl esters (FAME) is used to check the operation of the instrument. This reference mixture has the following fatty acid composition: 1% C_{14:0}, 4% C_{16:0}, 3% C_{18:0}, 45% C_{18:1}, 15% C_{18:2}, 3% C_{18:3}, 3% C_{20:0}, 3% C_{22:0}, 20% C_{22:1}, and 3% C_{24:0}. A reference standard of a commercial shortening is used to check the operation of the total system -- ethylation and gas chromatographic analysis. The shortening reference standard has the following fatty acid composition: 0.5% C_{14:0}, 21.4% C_{16:0}, 9.2% C_{18:0}, 40.3% C_{18:1}, 23.0% C_{18:2}, 2.2% C_{18:3}, 0.4% C_{10:0}, 1.3% C_{20:1}, and 0.3% C_{22:0}.

The reference mixture of FAME should be diluted with hexane and then injected into the instrument. A new vial of FAME reference mixture should be opened every day since the highly unsaturated components, C_{18:2} and C_{18:3}, oxidize easily. The shortening reference standard should be ethylated with the samples prior to their analysis by capillary gas chromatography. The results from the reference standards should be compared with the known values and a judgment made concerning the completed analysis. If the results of the reference standards are equal to or within \pm standard deviations of the known values, then the equipment, reagents and operations are performing satisfactorily.

OperationA. Instrumental Set-up

1. Install the column in the gas chromatograph, and set up the instrumental conditions as in Table 4.
2. Set up the data system with the appropriate method to acquire and analyze the data. The retention times may have to be adjusted in the method due to instrument variations. Consult the data system reference manual on how to do this -- HP3350 User's Reference Manual. Unity response factors are used for each component.
3. Obtain the shortening reference standard for analysis with the samples and ethylate it with the samples.

Table 4

INSTRUMENTAL CONDITIONS	
Instrument	Hewlett-Packard 5890
Column	15 m x 0.25 mm I.D., coated with DB-WAX, 0.25 μ film thickness
Column head pressure	12.5 psi
Carrier gas	Helium
Injector "A" temperature	210 °C (410 °F)
Split vent flow	100 mL/min
Septum purge	1.5 mL/min
Oven temperature profile:	
Initial temperature	110 °C (230 °F)
Initial time	1 min
Rate 1	15 °C/min
Final temp 1	170 °C (338 °F)
Final time 1	0 min
Rate 2	6 °C/min
Final temp 2	200 °C (392 °F)
Final time 2	0 min
Rate 3	10 °C/min
Final temp 3	220 °C (428 °F)
Final time 3	8 min
Detector	FID
Detector temp	230 °C (446 °F)
Make-up gas	30 mL/min
Detector H ₂ flow	30 mL/min
Detector air flow	300 mL/min

B. Analysis of Samples - (The samples are analyzed with a double internal standard.)

1. Dilute the reference mixture of FAME with hexane. The methyl esters should be approximately 2% in hexane. Inject one microliter of this solution via the autosampler. The results must meet the criteria in the Reference Standards section.
2. Prepare the triglyceride samples to be analyzed by adding two different internal standards, C₉ and C₂₁ triglycerides. (C₉ and C₂₁ triglycerides are commercial standards consisting of 100% 9-carbon and 21-carbon triglycerides, respectively.) The internal standards are added to the samples at about 10% by weight of the sample. The samples (including the internal standards) are then converted to ethyl esters by any standard method.
3. Set up a sequence in the LAS data system to inject the samples.
4. Activate the autosampler to inject 1.0 microl. of the samples in the sequence. The gas chromatograph will automatically begin its temperature program and the data system will collect and analyze the data for the sequence.
5. The data is analyzed with the two internal standard procedure. The absolute amount (mg of esters per gram of sample) of the C₆ through C₁₆ components is calculated from the C₉ internal standard. The absolute amount of the C₁₈, C₂₀, C₂₂ and C₂₄ components is calculated from the C₂₁ internal standard. Weight percentages of fatty acids are calculated from these amounts.

The following examples are intended only to further illustrate the invention and are not intended to limit the scope of the invention which is defined by the claims.

Example 1

A reduced calorie fat according to the present invention is made by random rearrangement of trihehenin

and commercial grade medium chain triglycerides.

The tribehenin is first synthesized by reacting glycerol with a blend of methyl esters having the following fatty acid composition by weight: 7.5% C_{18:0}, 7.4% C_{20:0}, 82.4% C_{22:0}, and 2.7% C_{24:0}. 88.6 lbs. of the methyl ester blend is reacted for 6 hours with 7.2 lbs. of glycerol along with 142 g. of sodium methoxide catalyst in a stainless steel reactor, under a vacuum of 10 mm Hg absolute pressure, and using mechanical agitation, refluxing and nitrogen sparging. During the reaction the temperature gradually rises from 120° C (248° F) to 160° C (320° F). At the end of 6 hours the reaction mixture is cooled to 120° C (248° F) and the catalyst is neutralized with 181 g. of 75% phosphoric acid. The reaction mixture is filtered to remove the sodium phosphate formed. To remove the residual methyl esters, 72 lbs. of the filtered fat is stripped for 4 hours at 240° C (464° F) to 280° C (536° F) using nitrogen sparging, mechanical agitation and a vacuum of 8-20 mm Hg. absolute pressure, and then stripped for 1 hour using water sparging under the same conditions. The carbon number profile (by HPLC) of the product tribehenin is: 1.3% C₅₈, 2.9% C₆₀, 19.2% C₆₂, 18.4% C₆₄, 48.9% C₆₆, 4.4% C₆₈ and 4.9% others.

24.8 lbs. of the tribehenin undergoes random rearrangement by reaction with 57.9 lbs. of commercial grade medium chain triglycerides in a stainless steel vessel with agitation, using 0.2% sodium methoxide as the catalyst. The medium chain triglycerides contain approximately 68% caprylic acid, 30.5% capric acid, less than 1% caproic acid, and 0.5% lauric acid. The reaction takes place under the following conditions:

Time	Temperature	Reaction
0	190° F (88° C)	The reactants are added to the vessel along with 30 g. of the catalyst.
20 min.	196° F (91° C)	43 more grams of catalyst are added.
40 min.	172° F (78° C)	15 more grams of catalyst are added.
55 min.	172° F (78° C)	The catalyst is neutralized by adding 118 g. of 75% phosphoric acid.
1 hr., 23 min.	172° F (78° C)	About 1.4 lbs. of activated carbon and about 1.4 lbs. of bleaching earth are added to the reaction mixture.
2 hr., 58 min.	172° F (78° C)	The reaction mixture is filtered through a plate and frame filter using about 400 g. of filter aid (i.e. Kiesel Guhr)

Seventy-four lbs. of product filtrate is obtained. The carbon number profile of the product as measured by HPLC is shown in Table 5 below as Behenic MCT, Batch 1.

Table 5

Carbon Number Profile and Fatty Acid CompositionStearic-Beheinic MCT:

	<u>CNP</u>	<u>Batch 1</u>	<u>Batch 2</u>	<u>Batch 3</u>	<u>Batch 4</u>
5	24	2.4%			
	26	9.8			
10	30	6.1			
	32	9.4	1.2%		2.0%
	34	25.8	17.2	3.9%	19.6
15	36	21.8	27.3	16.9	26.9
	38	16.3	33.9	39.0	30.6
	40	5.5	16.6	27.9	16.4
	42	0.6	2.9	6.7	2.5
20	44		1.0	3.0	0.8
	46			1.4	
25					
	<u>FAC</u>	<u>Batch 1</u>		<u>Batch 3</u>	<u>Batch 4</u>
	C8	34.6%		29.8%	29.1%
30	C10	22.0		16.2	13.4
	C12	0.4		0.1	0
	C14	0		0	0
	C16	2.9		1.1	1.4
35	C18	24.6		14.9	18.7
	C18:1	0.2		0	0
	C18:2	0		0	0
40	C18:3	0		0	0
	C20	3.1		5.7	5.1
	C22	10.2		28.5	19.5
45	C24	0.2		0.5	0.3

*By "0%", as used herein, is meant that none was detected by the available analytical method.

Table 5, cont.Behenic MCT:

		Batch	Batch	Batch	Batch	Batch	Batch
	<u>CNP*</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6**</u>
5	22	12.9					
	24	17.9	0.4			1.6	
10	26	8.6	3.6			4.4	
	28		5.9				
	30	1.6	4.1		0.7	2.7	
15	32	2.1	1.1		0.5	1.5	0.1
	34	2.5	4.6	0.8	1.5	2.5	0.3
	36	4.6	13.6	9.4	9.9	9.5	2.5
20	38	20.6	35.3	37.7	39.5	35.5	29.0
	40	15.2	27.4	39.9	37.1	33.7	47.2
	42	3.1	6.1	13.8	10.8	8.7	17.6
	44	0.4		0.5			0.9
25	48	0.9					0.3
	50	1.1					0.4
	52	5.0					0.4
30	54	1.6					0.1

*Batches 1-5 by HPLC, Batch 6 by GC

**Subjected to multiple path molecular distillation.

followed by nonsolvent crystal fractionation at
76°F (24.4°C)

Table 5, cont.

	<u>FAC</u>	<u>Batch 5</u>	<u>Batch 6</u>
5	C6	0.9	0.2
	C8	28.5	22.9
	C10	19.3	23.8
	C12	0.3	0.4
10	C14	0	0
	C16	0.3	0.1
	C18	0.7	0.8
15	C18:1	0	0.1
	C18:2	0	0
	C18:3	0	0
20	C20	2.6	3.4
	C22	44.0	43.4
	C24	0.5	1.0

25

Stearic MCT:

	<u>CNP</u>	<u>Batch 1</u>	<u>Batch 2</u>
30	24		3.3
	26	5.1	8.5
	28		2.1
	30	3.0	2.2
35	32	10.9	11.3
	34	38.9	36.2
	36	31.4	28.1
40	38	6.5	5.5
	40	0.3	0.3
	42	0.9	0.8
45	44	1.6	1.6

Example 2

50

A stearic:behenic MCT according to the present invention is found to contain a mixture of MMM, MLM, LMM, LLM, LML, and LLL triglycerides. This mixture is fractionated by a molecular distillation process to increase the concentration of mono-long chain triglycerides (MLM and LMM), the long chain fatty acid being predominantly stearic and behenic in this case. A 14" centrifugal molecular still is used for the fractionation, set up as follows:

Bell jar pressure: 0.007 mm Hg. abs.

Degasser pump temperature: 52°C (126°F)

Degasser inlet temperature: 100° C (212° F)
 Rotor feed temperature: 127° -160° C (261° -320° F)
 Rotor residue temperature: 127° -165° C (261° -329° F)
 Feed, pump rate: 22 lbs./hour

5 Distillation rate: 1.5 lbs./hr.

The triglyceride mixture is passed through the molecular still eight to fifteen times. The distillation temperature is gradually increased after each pass.

Table 6 below illustrates how the composition of the triglyceride changes during the fractionation, by HPLC carbon number profile and fatty acid composition. After each pass through the molecular still, the
 10 distillate is saved and passed again through the molecular still. It is seen that by the fifteenth pass through the molecular still, the product obtained has an increased concentration of C₃₈, C₄₀ and C₄₂ triglycerides. Triglycerides with a carbon number of 32 and below, and 48 and above, have been distilled out from the product. Table 1, discussed above, illustrates some of the possible triglycerides represented by the various carbon numbers. By increasing the concentration of C₃₈, C₄₀ and C₄₂ triglycerides, the fractionation
 15 process increases the concentration of the mono-long chain triglycerides (MLM and LMM), and reduces the concentration of the medium chain triglycerides (MMM), di-long chain triglycerides (LLM and LML), and tri-long chain triglycerides (LLL).

A behenic MCT and a stearic MCT are fractionated in a manner similar to that described above. The results are illustrated in Tables 7 and 8.

20

Table 6
Stearic/Behenic MCT

	<u>CNP</u>	<u>D9*</u>	<u>D10</u>	<u>D12</u>	<u>D14</u>	<u>D16</u>	<u>D18</u>	<u>D27</u>
25	24	4.2	3.5	1.2	1.3			
	26	9.9	8.9	4.1				
30	30	4.9	4.6	2.5	2.7	1.0	0.5	
	32	6.5	6.4	4.9	5.4	3.2	2.0	
	34	26.9	27.3	27.8	27.0	25.6	21.3	5.4
35	36	20.9	21.5	24.8	24.2	26.6	26.0	16.2
	38	16.4	17.0	21.5	21.0	25.2	28.0	32.6
	40	6.7	7.0	9.3	9.3	11.9	14.5	26.1
40	42	1.2	1.2	1.5	1.7	2.1	2.8	7.3
	44		0.5	0.7	0.7	1.0	1.4	4.4
	46					0.4	0.6	2.4
45	48					0.5	0.7	3.2
	50							0.9
	52							
50	54	0.5						

*"D9", "D10" etc. represent samples of distillate fractions obtained after consecutive passes
 55 through the molecular still.

Table 6. continuedStearic/Behenic MCT

	<u>FAC</u>	<u>D9</u>	<u>D10</u>	<u>D12</u>	<u>D14</u>	<u>D16</u>	<u>D18</u>	<u>D27</u>
5	C6	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.6	0.4
	C8	33.1%	33.3%	32.5%	32.9%	31.8%	31.0%	25.3%
	C10	22.7	21.4	17.5	17.5	15.5	15.8	18.5
10	C12	0.5	0.4	0.3	0.3	0.2	0	0.3
	C14	0	0	0	0	0	0	0
	C16	2.7	2.6	2.5	2.5	2.0	1.7	1.1
15	C18	22.6	22.3	24.6	25.0	24.1	22.9	15.9
	C18:1	0	0	0	0	0	0	0
	C18:2	0	0	0	0	0	0	0
	C18:3	0	0	0	0	0	0	0
20	C20	2.9	3.0	3.6	3.6	4.0	4.3	4.5
	C22	9.7	10.3	13.0	12.9	15.7	18.5	29.6
	C24	0	0.2	0.2	0.2	0.3	0.4	0.8
25								
30								
35								
40								
45								
50								
55								

Table 7
Behenic MCT

			Distillation				
	<u>CNP</u>	<u>Feed*</u>	<u>D7</u>	<u>D9</u>	<u>D11</u>	<u>D13</u>	<u>Residue</u>
	24	5.0	1.3				
10	26	7.6	6.6	2.0			
	30	2.7	5.7	2.7	0.8		
	32	1.0	4.7	3.5	1.7	0.5	
15	34	1.1	4.7	5.4	2.7	1.1	
	36	5.2	13.5	13.7	15.0	7.4	
	38	28.5	32.6	36.9	39.6	38.1	3.1
20	40	29.8	25.0	29.0	33.3	38.5	12.3
	42	9.8	5.2	6.7	9.3	12.5	10.5
25	44					0.4	1.8
	46					0.6	1.6
	48						2.7
	50	0.9					9.4
30	52	5.9					34.3
	54	2.6					20.8
	56+						4.1

*Before fractionation.

Table 7, continued

		<u>Behenic MCT</u>			
	<u>FAC</u>	<u>D7</u>	<u>D9</u>	<u>D11</u>	<u>D13</u>
5	C6	1.3	1.2	1.0	0.8
	C8	29.1	28.9	28.1	26.5
	C10	21.7	17.3	16.7	18.8
10	C12	0.6	0.4	0.3	0.3
	C14	0	0	0	0
	C16	0.7	0.5	0.3	0.2
15	C18	2.2	2.0	1.6	1.2
	C18:1	0	0	0	0
	C18:2	0	0	0	0
	C18:3	0	0	0	0
20	C20	4.5	4.5	4.2	3.7
	C22	40.1	42.2	43.2	43.7
	C24	0.6	0.7	0.8	0.9
25					

Table 8

		<u>Stearic MCT</u>				
	<u>CNP</u>	<u>D11</u>	<u>D12</u>	<u>D13</u>	<u>D14</u>	<u>D15</u>
30	24	3.0	1.5	1.9	1.1	0.4
	26	7.5	5.4	5.8	4.5	2.9
35	30	3.6	2.4	3.3	2.7	1.7
	32	11.1	10.4	11.3	10.3	9.9
						8.6
40	34	38.9	41.9	37.4	40.5	42.3
	36	28.8	32.1	29.8	31.7	34.5
	38	4.9	4.9	6.2	5.9	6.1
						7.5
45	40	0.7		1.2	0.9	0.4
						1.4
	42	1.8		2.7	0.9	1.9
						3.4
	44		1.3	0.4	2.4	
50						

55

Table 8, continued

Stearic MCT				
	FAC	D11	D14	D16
5	C6	1.1	1.1	1.0
	C8	32.9	33.3	32.4
	C10	18.6	17.1	16.5
10	C12	0.3	0	0
	C14	0	0	0
	C16	4.7	4.8	4.6
15	C18	35.4	38.6	40.9
	C18:1	0	0	0
	C18:2	0	0	0
20	C18:3	0	0	0
	C20	0.2	0.2	0.3
	C22	0	0	0
25	C24	0	0	0

Example 3

A strawberry-flavored reduced calorie frozen dessert is made by combining the following ingredients:

Ingredient	%
35 Fresh strawberries, finely sliced	36.25
Stearic-behenic MCT, Batch 1	3
Stearic-behenic MCT, Batch 2	8
Stearic-behenic MCT, Batch 3	5
40 Polyglycerol ester emulsifier	0.5
Hexaglycerol monopalmitate emulsifier	0.3
Propylene glycol monoester emulsifier made from hydrogenated palm oil	0.3
Blended gum system (Kelco's Dariloid 100)	0.15
Fructose	10
45 Aspartame	0.02
Vanilla extract	0.4
Cream solids	2
Natural cream flavor	0.05
Artificial vanilla flavor	0.05
50 Dried cream extract	1.0
Soybean lecithin	0.25
Skim milk	32.73

55 The carbon number profiles and fatty acid compositions of the stearic-behenic MCT'S are shown above in Table 5. Batch 1 contains 18% medium chain triglycerides (MCT'S) by weight, 82% mono-long chain triglycerides (where the long chain is stearic or behenic) and 0% di-long chain triglycerides (stearic and/or behenic). Batch 2 contains 0% MCT'S, 99% mono-long chain and 1% di-long chain, and Batch 3 contains 0% MCT'S, 94% mono-long chain and 6% di-long chain.

The ingredients are mixed together in a modified batch ice cream making machine equipped with a high shear agitator in the center. The mixture is first warm blended at about 125 °F (52 °C) for about 10 minutes. Then the mixture is cooled to a temperature of about 24 °F (-4 °C) over a time of about 23 minutes, under agitation. As the mixture is cooled, it is simultaneously emulsified and the fat is crystallized.

- 5 Lastly, the mixture is stored at -60 °F (-51 °C) for two hours and then moved to -20 °F (-29 °C) storage.

The reduced calorie frozen desserts are found to taste much like premium ice cream.

Example 4

A chocolate-flavored reduced calorie frozen dessert is made as described in Example 4 by combining the following ingredients:

Ingredient	%
Stearic-behenic MCT, Batch 1	3
Stearic-behenic MCT, Batch 2	8
Stearic-behenic MCT, Batch 3	5
Behenic MCT, Batch 2	1
Polyglycerol ester emulsifier	0.5
Hexaglycerol monopalmitate emulsifier	0.3
Propylene glycol monoester emulsifier made from hydrogenated palm oil	0.3
Cocoa	7
Blended gum system (Kelco's Dariloid 100)	0.15
Bittersweet Chocolate	2
Fructose	5
Sugar (sucrose)	6
Aspartame	0.02
Vanilla extract	0.24
Cream solids	1
Enzyme modified cream	1.2
Natural cream flavor	0.05
Artificial vanilla flavor	0.05
Dried cream extract	0.3
Soybean lecithin	0.25
Skim milk	58.64

The carbon number profiles and fatty acid compositions of the stearic-behenic MCT's and the carbon number profile of the behenic MCT are shown in Table 5. The behenic MCT contains 12% MCT's by weight, 88% mono-behenate, and 0% di-behenate.

Example 5

A reduced calorie truffle filling for chocolate-type candy is made as follows. First, the following ingredients are combined and then milled to make a chocolate base material:

Ingredient	%
Behenic MCT, Batch 3	26
Soybean lecithin	0.2
Sugar (sucrose)	35.8
Nonfat milk solids	10
Spray-dried buttermilk solids	8
Cocoa powder, natural process, 19-20% fat	20

The carbon number profile of the behenic MCT is shown in Table 5.

The sugar, milk solids, buttermilk solids and cocoa powder are combined in a mixing bowl and then mixed at low speed while slowly adding 60% of the behenic MCT containing all the lecithin. The remaining behenic MCT is then added in the same manner.

These ingredients are then milled in three passes through a four-roll mill to reduce the particle size. The roll pressures are as follows:

	Top Roll	2d Roll	3d Roll	Bottom Roll
1st pass	250 psig	200 psig	0	200 psig
2d pass	250	220	0	220
3d pass	270	250	0	240

The product after milling comprises the chocolate base material.

This chocolate base material is then blended with additional ingredients to make a truffle filling:

Ingredient	%
Behenic MCT, Batch 4	9.6
Stearic-behenic MCT, Batch 4	2.1
Sugar (sucrose)	5.5
Vanillin	0.2
Soybean lecithin	0.14
Chocolate base material	82.5

The carbon number profile of the behenic MCT and the carbon number profile and fatty acid composition of the stearic-behenic MCT are shown in Table 5.

The filling is prepared by mixing the ingredients at low speed for about 3 minutes, at a temperature of about 120° F (49° C). The mixture is then molded and cooled at 50° F (10° C) for 30 minutes. The truffle filling is coated with a standard milk chocolate to make a good-tasting reduced calorie chocolate-type candy. Alternatively, the truffle filling can be used as a filling in cakes, pies or truffle desserts.

Example 6

A "chocolate" coating for ice cream or other frozen desserts is made from 52 g chocolate liquor, 84 g cocoa (19% fat, natural), 122 g sucrose with very fine particles, 44 g behenic MCT batch 4, 80 g stearic-behenic MCT batch 2, and 0.3 g lecithin (Centracap).

Example 7

A reduced calorie chocolate-type confectionery is made from the following ingredients.

Ingredient	Grams
Behenic MCT Batch 6	226
Soybean Lecithin	1
Nonfat Milk Solids	383
Sugar (sucrose)	1196
Cocoa Powder	328
Vanilla Flavor	8

The sugar, nonfat milk solids, cocoa powder and vanilla flavor are combined in a mixing bowl with a melted blend of behenic MCT and soybean lecithin. This mixture is then blended thoroughly in a Hobart mixer. The blend is passed through a 4-roll mill having the pressure settings indicated below to reduce the particle size of the sugar:

Roll	Pressure (psig)
Top	220
2nd	225
3rd	0
bottom	220

An additional 205 g. of the behenic MCT (Batch 6) is added to 2264 g. of this milled mixture. This mixture is again passed through the 4-roll mill using the above roll pressure settings to provide a milled confectionery base.

850 g. of this milled confectionery base is blended with the following additional ingredients at 125° F (51.7° C):

Ingredient	Grams
Soybean Lecithin	0.5
Behenic MCT (Batch 6)	90
Dehydrated Sweet Cream	8
Butter Flavor	1.6
Chocolate Liquor	45

The temperature of the above blend is reduced to 87° F (30.6° C) and then 100 g. of milled confectionery base that has been aged at room temperature is added. The mixing is continued at approximately 87° F (30.6° C) for another 16 hours using a Kitchen Aid mixer set at slow speed. This conched mixture is then poured into chocolate molds and cooled to 56° F (13.3° C) for 45 min. The cooled molds are placed in an isolated box and then moved to a 60° F (15.6° C) temperature room for 24 hours. Tempering is continued in a 70° F temperature room for another 48 hours.

Claims

1. A reduced calorie fat characterized in that it has an at least 10% reduction in calories relative to corn oil and and further characterized in that it comprises at least 15% by weight reduced calorie triglycerides selected from the group consisting of MML, MLM, LLM, and LML triglycerides, and mixtures thereof and at least about % by weight of a mixture of MML and MLM triglycerides; wherein M = fatty acids selected from the group consisting of C₆ to C₁₀ saturated fatty acids, and mixtures thereof, and L = fatty acids selected from the group consisting of C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids, and mixtures thereof; and wherein the fat has the following fatty acid composition by weight percent:

(a) from 15 to 70% C₆ to C₁₀ saturated fatty acids;

(b) from 10 to 70% C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids;

(c) not more than 10% fatty acids selected from the group consisting of C_{12:0} and C_{14:0}, and mixtures thereof;

(d) not more than 20% fatty acids selected from the group consisting of C_{18:1}, C_{18:2}, C_{18:3}, and mixtures thereof; and

(e) not more than 4% C_{18:2} fatty acids.

5 2. A fat-containing food composition having fat ingredients and nonfat ingredients characterized in that from 50 to 100% of the total fat by weight comprises a reduced calorie fat, said reduced calorie fat having an at least 10% reduction in calories relative to corn oil and comprising at least 15% by weight reduced calorie triglycerides selected from the group consisting of MML, MLM, LLM, and LML triglycerides, and mixtures thereof; wherein M = fatty acids selected from the group consisting of C₆ to C₁₀ saturated fatty acids, and mixtures thereof, and L = fatty acids selected from the group consisting of C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids, and mixtures thereof; and wherein the fat has the following fatty acid composition by weight percent:

(a) from 15 to 70% C₆ to C₁₀ saturated fatty acids;

(b) from 10 to 70% C₁₇ to C₂₆ saturated fatty acids;

15 (c) not more than 10% fatty acids selected from the group consisting of C_{12:0} and C_{14:0}, and mixtures thereof;

(d) not more than 20% fatty acids selected from the group consisting of C_{18:1}, C_{18:2}, C_{18:3}, and mixtures thereof; and

(e) not more than 4% C_{18:2} fatty acids.

20 3. The fat or food composition of any of Claims 1 to 2 characterized in that it comprises at least 30% by weight of said reduced calorie triglycerides, preferably at least 50% by weight of said reduced calorie triglycerides, and most preferably at least 70% by weight of said reduced calorie triglycerides.

4. The fat or food composition of any of Claims 1 to 3 characterized in that the fat comprises at least 25 35% by weight of said mixture of MML and MLM triglycerides and no more than 65% by weight combined LLM and LML triglycerides.

5. The fat or food composition of any of Claims 1 to 4 characterized in that the fat comprises at least about 93% by weight of a mixture of MML and MLM triglycerides, no more than about 7% by weight combined LLM and LML triglycerides, no more than about 1% by weight MMM triglycerides and no more than about 1% by weight LLL triglycerides.

6. The fat or food composition of any of Claims 1 to 5 characterized in that the fatty acid composition comprises not more than 5% C_{6:0} fatty acid, and not more than 7% saturated C₂₄ to C₂₆ fatty acids.

7. The fat or food composition of any of Claims 1 to 6 characterized in that the fatty acid composition comprises from 30 to 55% C₈ to C₁₀ saturated fatty acids and from 30 to 55% C₁₈ to C₂₂ saturated fatty acids.

8. The fat or food composition any of Claims 1 to 7 characterized in that the fatty acid composition comprises not more than 10% C_{16:0} fatty acid, not more than 3% fatty acids selected from the group consisting of C_{12:0} and C_{14:0} fatty acids, and mixtures thereof, and not more than 6% fatty acids selected from the group consisting of C_{18:1}, C_{18:2}, and C_{18:3} fatty acids, and mixtures thereof.

9. The fat or composition of any of Claims 1 to 7 characterized in that the fat has the following carbon number profile (CNP):

CNP	%
30 or lower	< 0.4
34	< 0.3
36	< 3.5
38	22-42
40	32-55
42	5-30
44	< 1.5
46	< 1
48	< 0.8
50	< 0.6
52	< 0.4
54 or higher	< 0.9

10. The fat or food composition of any of Claims 1 to 8 characterized in that said reduced calorie triglycerides are stearic MCT'S having a carbon number profile of at least about 55% C34 to C38, and have a fatty acid composition comprising at least 40% C₈ to C₁₀ saturated fatty acids and from 35 to 50% C_{18:0} fatty acid.

5 11. The fat or food composition of any of Claims 1 to 10 characterized in that the fat has an at least 30% reduction in calories relative to corn oil, preferably between 20 and 50% reduction in calories relative to corn oil.

12. The food composition of any of Claims 2 to 11 characterized in that it is a margarine, shortening, baked good, frozen dessert, confectionery, or chocolate-type product.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

⑫ 公開特許公報(A) 平2-1799

⑤ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

④ 公開 平成2年(1990)1月8日

C 11 B 7/00
A 23 D 9/00
C 11 C 3/10

5 1 6

7106-4H
7823-4B
7106-4H

審査請求 未請求 請求項の数 12 (全24頁)

⑥ 発明の名称 中鎖脂肪酸および長鎖脂肪酸を含有するトリグリセリドから製造される低カロリー脂肪

⑦ 特 願 昭63-317585

⑧ 出 願 昭63(1988)12月15日

優先権主張 ⑨ 1987年12月15日 ⑩ 米国(US) ⑪ 132400

⑫ 発 明 者 ボール、セイデン アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、グランディン、ロード、2890

⑬ 出 願 人 ザ、プロクター、エンド、ギャンブル、カンパニー アメリカ合衆国オハイオ州、シンシナチ、ワン、プロクター、エンド、ギャンブル、ブラサ(番地なし)

⑭ 代 理 人 弁理士 佐藤 一雄 外2名

明細書の浄書(内容に変更なし)

明 細 書

成(重量%) :

1. 発明の名称

中鎖脂肪酸および長鎖脂肪酸を含有する
トリグリセリドから製造される低カロリー
脂肪

2. 特許請求の範囲

1. トウモロコシ油と比較して少なくとも

10%のカロリー減少を有することを特徴とし且つ更にMML、MLM、LLM、およびLLLトリグリセリド、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる低カロリートリグリセリド少なくとも15重量%およびMMLトリグリセリドとMLMトリグリセリドとの混合物少なくとも約10重量%(式中、MはC₆~C₁₀飽和脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸であり、LはC₁₇~C₂₈飽和脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸である)を含むことを特徴とし、且つ脂肪は下記脂肪酸組

(a) C₆~C₁₀飽和脂肪酸15~70%、(b) C₁₇~C₂₈飽和脂肪酸10~70%、

(c) C_{12:0}およびC_{14:0}、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸10%以下、

(d) C_{18:1}、C_{18:2}、C_{18:3}、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸20%以下、

(e) C_{18:2}脂肪酸4%以下

を有することを特徴とする低カロリー脂肪。

2. 全脂肪の50~100重量%は低カロリー

=脂肪からなり、前記低カロリー=脂肪はトウモロコシ油と比較して少なくとも10%のカロリー減少を有し且つMML、MLM、LLM、およびLLLトリグリセリド、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる低カロリートリグリセリド少なくとも15重量%(式中、MはC₆~C₁₀飽和脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸であり、LはC₁₇~C₂₈飽和脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸である)を含み、且つ脂肪は下記脂肪酸

組成 (重量%) :

- (a) $C_6 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸 15~70%、
 - (b) $C_{17} \sim C_{26}$ 飽和脂肪酸 10~70%、
 - (c) $C_{12:0}$ および $C_{14:0}$ 、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸 10%以下、
 - (d) $C_{18:1}$ 、 $C_{18:2}$ 、 $C_{18:3}$ 、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸 20%以下、
 - (e) $C_{18:2}$ 脂肪酸 4%以下
- を有することを特徴とする脂肪成分および非脂肪成分を有する脂肪含有食品組成物。

3. 前記の低カロリートリグリセリド少なくとも30重量%、好ましくは前記の低カロリートリグリセリド少なくとも50重量%、最も好ましくは前記の低カロリートリグリセリド少なくとも70重量%を含む、請求項1ないし2のいずれか1項に記載の脂肪または食品組成物。

4. 脂肪が、前記のMMLトリグリセリドとMLMトリグリセリドとの混合物少なくとも35重量%および組み合わせられたLLM/LLMトリグリセリド65重量%以下を含む、請求項1ない

び $C_{18:1}$ 、 $C_{18:2}$ および $C_{18:3}$ 脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸6%以下を含む、請求項1ないし7のいずれか1項に記載の脂肪または食品組成物。

9. 脂肪が下記炭素数プロフィール(CNP)

CNP	%
30以下	< 0.4
34	< 0.3
36	< 3.5
38	22~42
40	32~55
42	5~30
44	< 1.5
46	< 1
48	< 0.8
50	< 0.6
52	< 0.4
54以上	< 0.9

を有する、請求項1ないし7のいずれか1項に記載の脂肪または組成物。

し3のいずれか1項に記載の脂肪または食品組成物。

5. 脂肪が、MMLトリグリセリドとMLMトリグリセリドとの混合物少なくとも約93重量%、組み合わせられたLLM/LLMトリグリセリド約7重量%以下、MMMトリグリセリド約1重量%以下およびLLLトリグリセリド約1重量%以下を含む、請求項1ないし4のいずれか1項に記載の脂肪または食品組成物。

6. 脂肪酸組成が、 $C_{8:0}$ 脂肪酸5%以下、および $C_{24} \sim C_{26}$ 飽和脂肪酸7%以下を含む、請求項1ないし5のいずれか1項に記載の脂肪または食品組成物。

7. 脂肪酸組成が、 $C_8 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸30~55%、および $C_{18} \sim C_{22}$ 飽和脂肪酸30~55%を含む、請求項1ないし6のいずれか1項に記載の脂肪または食品組成物。

8. 脂肪酸組成が、 $C_{16:0}$ 脂肪酸10%以下、 $C_{12:0}$ および $C_{14:0}$ 脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸3%以下、およ

10. 前記の低カロリートリグリセリドが、 $C_{34} \sim C_{38}$ 少なくとも約55%の炭素数プロフィールを有するステアリン酸MCTであり、且つ $C_8 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸少なくとも40%および $C_{18:0}$ 脂肪酸35~50%を含む脂肪酸組成を有する、請求項1ないし8のいずれか1項に記載の脂肪または食品組成物。

11. 脂肪が、トウモロコシ油と比較して少なくとも30%のカロリー減少、好ましくはトウモロコシ油と比較して20~50%のカロリー減少を有する、請求項1ないし10のいずれか1項に記載の脂肪または食品組成物。

12. マーガリン、ショートニング、焼き上げ品、冷凍、菓子類、またはチョコレート型製品である、請求項2ないし11のいずれか1項に記載の食品組成物。

3. 発明の詳細な説明

技術分野

本発明は、低カロリー脂肪 (reduced calorie fats) の分野に関し、詳細には中鎖脂肪酸と長鎖脂肪酸との組み合わせを含有するトリグリセリドから製造される脂肪に関する。

発明の背景

食品で使用されている典型的植物油および動物脂肪は、主として長さが16個または18個の炭素であり且つ0~3個の二重結合を含有する脂肪酸を含有する。これらは、一般に、長鎖トリグリセリドと称されている。若干の油、例えば、なたね油は、20個または22個の炭素またはそれ以上を有する脂肪酸を含有する。

中鎖トリグリセリド (MCT) は、飽和 $C_6 \sim C_{10}$ 脂肪酸を使用して製造されるトリグリセリドである。これらのより短い鎖のトリグリセリドは、長鎖トリグリセリドよりも水溶性であるので、体によって長鎖トリグリセリドとは異なる方法で代謝される。これらは、迅速に加水分解し且つ門脈

ゲメントは酸化することができ、 n は2~16の整数を表わす)

のトリグリセリドを開示している。トリグリセリドは、多不飽和脂肪酸源を与えるために栄養補助物として使用されている。

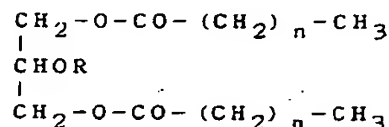
合成治療油は、米国特許第3,450,819号明細書に開示されている。油は、脂肪の吸収不良に悩むヒトを治療するのに有用である。油は、主部分の中鎖 (飽和 $C_6 \sim C_{12}$) 脂肪酸、および副部分の必須脂肪酸を有するトリグリセリドからなる。必須脂肪酸は、不飽和脂肪酸 [主としてリノール酸 ($C_{18:2}$)、リノレン酸 ($C_{18:3}$) およびアラキドン酸 ($C_{20:4}$)] である。

米国特許第4,528,197号明細書は、過剰異化 (hypercatabolic) 哺乳動物におけるタンパク質同化を高めるための組成物を開示している。組成物は、栄養上十分なアミノ酸源、炭水化物源および脂質源 (脂質は加水分解時に長鎖脂肪酸と中鎖脂肪酸との両方を生成する制御されたトリグリセリド源を含む) から調製されている。開示の

を経て吸収されるので、迅速なエネルギー源を与える。

数個の文献は、中鎖脂肪酸および長鎖脂肪酸を含有するトリグリセリドを開示している。例えば、米国特許第3,353,964号明細書は、炭素数6~14の飽和短鎖脂肪酸および炭素数20~22の飽和長鎖脂肪酸を含有するコランダム化 (corandomized) トリグリセリドから製造されたマーガリン油を開示している。トリグリセリド、水素添加なたね油とやし油おとび/またはパーム核油とのコランダム化ブレンドは、ラウリン酸が多い。

米国特許第4,607,052号明細書は、式



(式中、Rは炭素数18~22の多不飽和脂肪酸のアシルフラグメントを表わし、このアシルフラ

グメントは酸化することができ、 n は2~16の整数を表わす) 1つのこのような脂肪酸源は、中鎖脂肪酸 (飽和 C_8 、 C_{10} 、および C_{12})、および必須脂肪酸を含有する構造化 (structured) 脂質である。

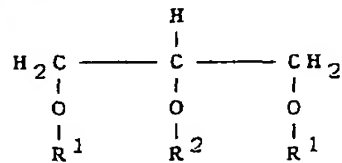
モク等、「構造化中鎖および長鎖トリグリセリド乳濁液は熱傷ラットにおける体タンパク質を節約する (spare) 際に物理的混合物よりも優れている」、*Metabolism*, Vol. 33, No. 10, pp.

910-915 (1984年10月) は、熱傷ラットにおける体タンパク質を節約するのに使用する同様の割合の中鎖脂肪酸および長鎖脂肪酸からなるトリグリセリドからなる乳濁液を記載している。トリグリセリドは、カプリン酸 ($C_{8:0}$)、カプリン酸 ($C_{10:0}$)、リノール酸 ($C_{18:2}$)、および他の長鎖脂肪酸から製造した。

マイズ等、「中鎖トリグリセリドを使用して負傷したラットにおける全非経口栄養 (TPN) 時のタンパク質代謝」、*Metabolism*, Vol. 33, No. 10, pp. 901-909 (1984年10月) は、負傷したラットにおけるタンパク質利用を改善するために前記中鎖脂肪酸60%および長鎖脂

肪酸40%を含有するトリグリセリドから調製される脂質乳濁液を開示している。使用されている中鎖脂肪酸は、飽和 $C_8 \sim C_{12}$ であり、長鎖脂肪酸はヒマワリまたはサフラワー油（主としてリノール脂肪酸部分とオレイン脂肪酸部分との混合トリグリセリドからなる）に由来する。

欧州特許出願第216, 419号明細書は、本質上式



を有するトリグリセリド約50～約100重量%からなる、腸内および非経口製品で使用するのに好適な栄養脂肪に関する。R¹基は、7～11個の炭素原子の鎖長を有する飽和中鎖脂肪酸からなり、R²基は飽和 $C_7 \sim C_{18}$ 脂肪酸0～90%、オレイン酸($C_{18:1}$)0～90%、リノール酸

これらの文献は、本発明の低カロリー脂肪、またはそれに関連づけられる利益を開示または示唆していない。例えば、前記米国特許第3, 353, 964号明細書は、ラウリン酸が多いマーガリン油を開示している。その目的は、改善された食性および耐熱性であって、カロリー減少ではない。追加的に、ラウリン酸は、本発明で使用する中鎖（飽和 $C_6 \sim C_{10}$ ）脂肪酸とは異なる方法で代謝される。

更に、前記米国特許第4, 607, 052号明細書、米国特許第3, 450, 819号明細書、米国特許第4, 528, 197号明細書および欧州特許出願第216, 419号明細書は、栄養補助物として有用な脂肪に関する。一方、本発明の脂肪は、カロリー減少上の利益と良好な味とを兼備する。また、従来の文献は、本発明の脂肪酸組成とは異なる脂肪酸組成を有する。

それゆえ、本発明の目的は、典型的鎖長のトリグリセリドと比較した時にカロリーが減少された脂肪組成物を提供することにある。

($C_{18:2}$) 10～100%、およびリノレン酸($C_{18:3}$) 0～10%からなる。

米国特許第2, 874, 056号明細書は、マーガリンで有用なトリグリセリド組成物を開示している。トリグリセリドは、中鎖脂肪酸($C_8:0 \sim C_{12:0}$)とパルミチン酸($C_{16:0}$)との組み合わせから製造されている。

油のカプテックス(Captex) 810系列(キャピタル・シティー・プロダクツ、Dept. TR, オハイオ州コロンブス、P. O. ボックス569, 43216)は、各種の比率の長鎖脂肪酸と中鎖脂肪酸との混合物から製造されるランダム構造トリグリセリドを含む。これらの油の脂肪酸組成は、次の通りである：

カプテックス810系列の脂肪酸組成(重量%)

系列	Linoleic ($C_{18:2}$)	Octanoic & Decanoic ($C_8:0$ & $C_{10:0}$)	他
810A	10	80	10
810B	25	60	15
810C	35	46	19
810D	45	32	23

本発明の別の目的は、優秀なテクスチャー的性質および官能的性質を有する食品および飲料製品を製造するために使用できる低カロリー脂肪を提供することにある。

本発明のこれらの目的および他の目的は、ここでの開示から明らかになるであろう。

ここで使用するすべての部、%、および比率は、特に断らない限り、重量基準である。

発明の概要

本発明は、MML、MLM、LLM、およびLLMトリグリセリド、およびそれらの混合物からなる群から選ばれるトリグリセリド少なくとも約15重量%（式中、Mは $C_6 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸であり、Lは $C_{17} \sim C_{26}$ 飽和脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸である）を含み、且つ脂肪は下記脂肪酸組成(重量%)：

- (a) $C_6 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸約15%～約70%、
- (b) $C_{17} \sim C_{26}$ 飽和脂肪酸約10%～約70%、

(c) $C_{12:0}$ および $C_{14:0}$ 、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸約 10% 以下、

(d) $C_{18:1}$ 、 $C_{18:2}$ 、 $C_{18:3}$ 、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸約 20% 以下、および

(e) $C_{18:2}$ 脂肪酸 4% 以下
を有することを特徴とする低カロリー脂肪に関する。

低カロリー脂肪は、優秀な官能的性質を有し、且つ各種の食品（例えば、加塩および／またはフライしたスナック、他のスナック、デザート、ベーキングミックスおよび他の調製ミックス、加工肉製品、冷凍アントレ、チョコレート型製品、アイスクリームおよび他の冷菓、サラダドレッシング、フライングおよびベーキングショートニング、サラダ油、マーガリン、スプレッド、予備泡立トップリング、ビーナッツバター、糖衣、製菓用フィリングおよび他の菓子類、クッキー、ケーキ、パイクラスト、ペーストリークラスト、パンおよび他の焼き上げ品、および他のベーキング、クッキ

この知見は、数種の理由で予想外であった。ラウリン酸を飽和長鎖トリグリセリドにエステル化する時には、トリグリセリドの融点は、或る程度下げられるが、トリグリセリドは、体温で溶融しないので依然としてロウ状の味がする。対照的に、中鎖脂肪酸をこのようなトリグリセリドにエステル化する時には、トリグリセリドの融点は驚異的にはるかに大きい程度で下げられ、それゆえ、トリグリセリドが体温以下で溶融しロウ状の味がしないことを今や発見された。この性質は、許容可能な食品を作るのに高度に重要である。

追加的に、長鎖脂肪酸をトリグリセリド分子上で中鎖脂肪酸と組み合わせる時に、組み合わせがカロリー減少上の利益を与えるであろうことは、従来技術に鑑みて明らかではなかった。吸収の減少を実証する方法が、開発されなければならなかった。

本発明は、MML、MLM、LLM、およびLMレトリグリセリド、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる低カロリートリグリセリド

ングまたはフライング製品）で使用できる。また、脂肪は、製菓担体として使用できる。

発明の具体的説明

長鎖または超長鎖飽和脂肪酸を使用して製造されるトリグリセリド脂肪は、脂肪酸が体によって貧弱にしか吸収代謝されないので、カロリーが減少される。しかしながら、これらの脂肪酸の高融点は、ロウ状の口当たりが悪い味を与える。例えば、トリステアリンおよびトリベヘニン、低カロリー脂肪であるが、ロウ状のため食料品ではめったに使用されない。それゆえ、これらのロウ状長鎖脂肪を、カロリーが依然として減少された良好な味の脂肪にする手段のニーズがある。

驚異的なことに、飽和長鎖脂肪酸と飽和中鎖脂肪酸との特定の組み合わせを使用して製造されたトリグリセリドを含有する脂肪組成物は、カロリー減少を依然として与えながら良好な味を与えることが今や見出された。このように、本発明の低カロリー脂肪は、味上の不利なしに長鎖トリグリセリドの利点を与える。

少なくとも約 15 重量%（式中、Mは $C_6 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸であり、Lは $C_{17} \sim C_{26}$ 飽和脂肪酸、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸である）を含み、且つ脂肪は下記脂肪酸組成（重量%）：

(a) $C_6 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸約 15%～約 70%、

(b) $C_{17} \sim C_{26}$ 飽和脂肪酸約 10%～約 70%、

(c) $C_{12:0}$ および $C_{14:0}$ 、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸約 10% 以下、

(d) $C_{18:1}$ 、 $C_{18:2}$ 、 $C_{18:3}$ 、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸約 20% 以下、および

(e) $C_{18:2}$ 脂肪酸 4% 以下

を有することを特徴とする低カロリー脂肪である。

本発明の低カロリー脂肪の鍵は、特定の長鎖脂肪酸部分と中鎖脂肪酸部分との組み合わせである。前記のように、中鎖脂肪酸は、脂肪の融点を下げ且つ異なる脂肪酸組み合わせは特定の食品応用のために脂肪の物性を制御するために使用できる。

このことは、良好な口当たり、テクスチャーおよびフレーバー表示を有する良好な味の脂肪を生ずる。

更に、本発明の脂肪は、ロウ状の味がないので、より大きいカロリー減少を与えるために各種の食品で、そして製品中でより高い濃度で使用できる。このことは、よりロウ状の味のトリグリセリド、例えば、ラウリン酸および長鎖脂肪酸を含有するトリグリセリドのより限定された用途と対照的である。この非ロウ状の味上の利益は、本発明の好ましい低カロリー脂肪を使用して製造されたチョコレート製品において特に明らかである。示差走査熱量測定法(DSC)によって測定した時には、これらの好ましい脂肪を含有するチョコレート製品は、94~96°F(約34.4~35.6°C)の温度で完全に溶融する。また、これらのチョコレート製品の溶融の大部分は、80~94°F(約26.7~34.4°C)のかなり狭い温度範囲で生ずる。

本発明の脂肪の別の利点は、限定量のみの飽和

C₁₂~C₁₆脂肪酸を含有することである。多量のこれらの脂肪酸の摂取は、高コレステロール血症を促進することが既知である。

また、本発明の脂肪組成物は、中鎖トリグリセリドの利益の若干を与える。例えば、中鎖脂肪酸は、トリグリセリドから容易に加水分解される。これらの加水分解中鎖脂肪酸は、吸収され、次いで、肝臓に直接輸送され(肝性門脈を経て)、そこで大いに酸化されて迅速なエネルギー源を与える。

低カロリー脂肪は、食品中の脂肪成分の部分または完全代替物として使用して、典型的鎖長トリグリセリド(即ち、トウモロコシ油)以上のカロリーの減少少なくとも10%、好ましくはカロリーの減少少なくとも30%、通常、カロリーの減少少なくとも約20%~50%を可能にする。

本発明の目的では、本発明の減少されたカロリー脂肪によって与えられるカロリーの減少は、低カロリー脂肪の代わりにトウモロコシ油を含有する以外は同一のダイエットを摂取したラットの正

味のエネルギー増大(Kcal)と比較して、低カロリー脂肪を含有するダイエットを摂取したラットの正味のエネルギー増大(Kcal)に基づく。使用する試験ダイエットは、ラットの維持と成長との両方を支持するのに栄養上適当である。また、合計食品摂取および脂肪/油摂取は、正味のカーカス(carcase)エネルギー増大の差が全く脂肪/油の利用可能なエネルギー含量によるように2種のダイエット群間でマッチされる。「正味のエネルギー増大」は、脂肪/油を含有しない試験ダイエットを与えた同じ性、ストレイン(strain)、および同様の体重のラットの異なる群の研究から測定される平均出発カーカスエネルギー(Kcal)によって約分される(reduce)試験ダイエットを若干の時間(通常4週間)与えたラットの合計カーカスエネルギー(Kcal)に基づく。「合計カーカスエネルギー」は、カーカスの乾燥重量(g)を出けた乾燥カーカスエネルギー/g(Kcal/g)によって測定する。「カーカスエネルギー/g」は、合計乾燥カーカスの

均質な試料のボンベ(bomb)熱量測定法によって測定する時のカーカスエネルギー(Kcal)に基づく。これらのエネルギー値のすべては、ラット(即ち、10匹のラット)の代表的試料の平均である。

ここで使用する「中鎖脂肪酸」とは、C_{6:0}(カプロン)脂肪酸、C_{8:0}(カプリル)脂肪酸、またはC_{10:0}(カプリン)脂肪酸、またはそれらの混合物を意味する。C₇およびC₉飽和脂肪酸は、通常見出されないが、可能な中鎖脂肪酸から除外されない。本発明の中鎖脂肪酸は、技術上中鎖脂肪酸と時々称されているラウリン酸(C_{12:0})を包含しない。

ここで使用する「長鎖脂肪酸」とは、C_{17:0}(マルガリン)脂肪酸、C_{18:0}(ステアリン)脂肪酸、C_{19:0}(ノナデシル)脂肪酸、C_{20:0}(アラキン)脂肪酸、C_{21:0}(ヘンエイコサン)脂肪酸、C_{22:0}(ベヘン)脂肪酸、C_{23:0}(トリコサン)脂肪酸、C_{24:0}(リグノセリン)脂肪酸、C_{25:0}(ペンタコサン)脂肪酸、またはC_{26:0}

(セロチン) 脂肪酸、またはそれらの混合物を意味する。

脂肪酸部分の前記リストにおいて、脂肪酸の普通名に下記の $C_{x:y}$ 呼称を与える(式中、 x は炭素原子の数であり、 y は二重結合の数である)。

ここで使用する「MML」とは、1位または3位(末端位)に長鎖脂肪酸を含有し残りの2個の位置に2個の中鎖脂肪酸を有するトリグリセリドを意味する。長鎖脂肪酸の吸収は、一般に、末端位で減少される。同様に、「MLM」は、2位

(中央の位置)に長鎖脂肪酸を有し且つ1位および3位に2個の中鎖脂肪酸を有するトリグリセリドを表わし、「LLM」は1位または3位に中鎖脂肪酸を有し且つ残りの2個の位置に2個の長鎖脂肪酸を有するトリグリセリドを表わし、

「LLM」は2位に中鎖脂肪酸を有し且つ1位および3位に2個の長鎖脂肪酸を有するトリグリセリドを表わす。

ここで使用する「ステアリン酸MCT」とは、例えば、トリステアリンと中鎖トリグリセリドと

のランダム転位によって或る方法で主としてステアリン酸($C_{18:0}$)と中鎖脂肪酸とを組み合わせることによって製造された本発明に係るトリグリセリドの混合物を意味する。ステアリン酸MCTは、長鎖脂肪酸として主としてステアリン酸を含有するであろう。「ペヘン酸MCT」とは、例えば、トリペヘニンと中鎖トリグリセリドとのランダム転位によって主としてペヘン酸($C_{22:0}$)と中鎖脂肪酸とを組み合わせることによって製造されたトリグリセリドの混合物を意味する。「ステアリン酸/ペヘン酸MCT」とは、主としてステアリン酸、ペヘン酸、および中鎖脂肪酸を組み合わせることによって製造されたトリグリセリドの混合物を意味する。

中鎖脂肪酸と長鎖脂肪酸との組み合わせを有するトリグリセリドを含む本発明の減少されたカロリー脂肪は、好ましくは $C_{6:0}$ 脂肪酸約5重量%以下、最も好ましくは約0.5重量%以下を含有するであろう。また、脂肪は、飽和 $C_{24} \sim C_{26}$ 脂肪酸約7重量%、最も好ましくは約1重量%を含有する。

有することが好ましい。本発明の好ましい低カロリー脂肪は、 $C_8 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸約30～約55重量%および $C_{18} \sim C_{22}$ 飽和脂肪酸約30～約55重量%を含む。

本発明に係るステアリン酸MCTは、好ましくは $C_{34} \sim C_{38}$ 少なくとも約55%の炭素数プロフィールを有し、且つ $C_6 \sim C_{10}$ 飽和脂肪酸少なくとも約40重量%および C_{18} 飽和脂肪酸約35～約50重量%を含有する。

本発明の低カロリー脂肪は、本発明の利益を失わずに、中鎖脂肪酸および長鎖脂肪酸の他に限定量の他の脂肪酸を含有できる。前記のように、少量の $C_{12:0}$ 、 $C_{14:0}$ 、 $C_{18:1}$ 、 $C_{18:2}$ および $C_{18:3}$ 脂肪酸が、存在できる。

パルミチン酸($C_{16:0}$)は約95%が体によって吸収される一方、より長鎖の脂肪酸は余り吸収されない。それゆえ、本発明の低カロリー脂肪は、 $C_{16:0}$ 脂肪酸約10重量%以下を含有することが好ましい。

別の好ましい態様においては、低カロリー脂肪

は、 $C_{18:1}$ 、 $C_{18:2}$ 、 $C_{18:3}$ 、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸約6重量%以下、より好ましくは約1重量%以下、最も好ましくは約0.5重量%以下を含有するであろう。また、好ましい低カロリー脂肪は、 $C_{12:0}$ (ラウリン酸)および $C_{14:0}$ (ミリスチン酸)、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる脂肪酸約3重量%以下、より好ましくは約1重量%以下を含有する。中鎖脂肪酸($C_6 \sim C_{10}$)は門脈を経て体によって吸収されるが、ラウリン酸およびミリスチン酸は、リンパ管系統を経て吸収される。また、ラウリン酸およびミリスチン酸は、中鎖脂肪酸よりも脂肪沈着を生ずる。

また、最適の味およびカロリー減少のためには、本発明の低カロリー脂肪は、中鎖脂肪酸と長鎖脂肪酸との組み合わせを含有するトリグリセリド(即ち、MML、MLM、LLMおよびLLMトリグリセリド)少なくとも約30重量%、より好ましくはこれらのトリグリセリド少なくとも約50重量%、最も好ましくはこれらのトリグリセ

リド少なくとも約80重量%を含むことが好ましい。本発明の好ましい低カロリー脂肪は、MMLトリグリセリドとMLMトリグリセリドとの混合物少なくとも約10重量%、より好ましくはこのような組み合わせられたトリグリセリド少なくとも約35重量%、最も好ましくはこのような組み合わせられたトリグリセリド少なくとも約70重量%を含む。また、好ましい低カロリー脂肪は、組み合わせられたLLM/MLMトリグリセリド約90重量%以下、より好ましくはLLM/MLMトリグリセリド約65重量%以下、最も好ましくは組み合わせられたLLM/MLMトリグリセリド約30重量%以下を含む。大抵の用途の場合には、これらの好ましい低カロリー脂肪は、最小量のMMMトリグリセリドおよびLLLトリグリセリドも含む。ここで使用する「MMM」とは、中鎖飽和脂肪酸を含有するトリグリセリドがすべての3つの位置に存することを意味する。同様に、「LLL」は、長鎖脂肪酸を含有するトリグリセリドがすべての3つの位置に存することを表わす。

これらの好ましい低カロリー脂肪は、MMMトリグリセリド約15重量%以下、より好ましくは約10重量%以下、最も好ましくは約5重量%以下を含む。また、これらの好ましい低カロリー脂肪は、LLLトリグリセリド約5重量%以下、より好ましくは約2重量%以下、最も好ましくは約1重量%以下を含む。しかしながら、アイスクリームおよびアイスクリームコーティングの場合には、これらの低カロリー脂肪は、好ましくはMMMトリグリセリド約10～約15重量%を含む。

本発明の或る低カロリー脂肪は、チョコレートおよび他の菓子製品に特に好ましい。これらの特に好ましい低カロリー脂肪は、MMLトリグリセリドとMLMトリグリセリドとの混合物少なくとも約93重量%、より好ましくはこのような組み合わせられたトリグリセリド少なくとも約96重量%、最も好ましくはこのような組み合わせられたトリグリセリド少なくとも約97重量%を含む。また、これらの好ましい低カロリー脂肪は、組み合わせられたLLM/MLMトリグリセリド約7重量

%以下、より好ましくはLLM/MLMトリグリセリド約4重量%以下、最も好ましくは組み合わせられたLLM/MLMトリグリセリド約2.5重量%以下を含む。これらの特に好ましい低カロリー脂肪は、MMMトリグリセリド約1重量%以下、好ましくは約0.5重量%以下、最も好ましくは約0.2重量%以下、およびLLLトリグリセリド約2重量%以下、好ましくは約1重量%以下、最も好ましくは約0.5重量%以下を含む。

また、チョコレートおよび他の菓子製品に好ましいこれらの脂肪は、下記の好ましい炭素数プロフィール(CNP)および最も好ましい炭素数プロフィール(CNP)を有する:

CNP	好ましい(%)	最も好ましい(%)
30以下	<0.4	<0.2
34	<0.3	<0.2
36	<3.5	<2.5
38	22~42	25~40
40	32~55	40~50
42	5~30	12~25
44	<1.5	<1.2
46	<1	<0.6
48	<0.8	<0.7
50	<0.6	<0.5
52	<0.4	<0.3
54以上	<0.9	<0.4

以下の表1は、MML/MLMおよびLLM/MLM群内の可能なトリグリセリド変動の若下を示す。トリグリセリド上での異なる中鎖脂肪酸と長鎖脂肪酸との組み合わせは、トリグリセリドの炭素数に関連する(リストは網羅的であることを意味しない)。表は、各種のトリグリセリドが所定の炭素数(CNP)で存在することを示す。

表 1

中鎖★脂肪酸および飽和長鎖★★脂肪酸の可能なトリグリセリドの若下

CNP	MLM & LMM				
34	8-8-18	6-8-20	6-8-22	8-10-16	
	8-18-8	6-20-8	6-22-6	8-16-10	
		8-8-20		10-8-16	
36	8-10-18	8-8-20	6-10-20	6-8-22	6-6-24
	8-18-10	8-20-8	6-20-10	6-22-8	6-24-6
	10-8-18		10-6-20	8-6-22	
38	10-10-18	8-10-20	8-8-22	8-6-24	6-10-22
	10-18-10	8-20-10	8-22-8	8-24-6	6-22-10
		10-8-20		6-8-24	10-6-22
40	8-10-22	10-10-20	8-8-24	6-10-24	
	8-22-10	10-20-10	8-24-8	6-24-10	
	10-8-22			10-6-24	
42	10-10-22	8-10-24			
	10-22-10	8-24-10			
		10-8-24			
44	10-10-24				
	10-24-10				

★飽和中鎖脂肪酸(M)鎖長: 6、8、10。

★★飽和長鎖脂肪酸(L)鎖長: 16、18、20、22、24(パルミチン酸(C₁₆)は例示の目的で長鎖脂肪酸として包含されるが、長鎖脂肪酸の本発明の定義内ではない)。

LLM & LML

38	6-16-16				
	16-6-16				
40	6-16-18	8-16-16			
	6-18-16	16-8-16			
	16-6-18				
42	6-18-18	8-16-18			
	18-6-18	8-18-10			
		16-8-16			
44	6-18-20	6-16-22	8-18-18		
	6-20-18	6-22-16	18-8-18		
	20-6-18	16-6-22			
46	10-16-20	6-18-22	8-16-22		
	16-20-10	18-22-6	16-22-8		
	16-10-20	18-6-22	16-8-22		
	8-18-20	6-16-24	6-20-20	18-10-18	
	18-20-8	16-24-6	20-6-20	18-18-10	
	18-8-20	16-6-24			
48	8-18-22	8-16-24	10-18-20		
	18-22-8	16-24-8	18-20-10		
	18-8-22	16-8-24	18-10-20		
	6-18-24	10-16-22	6-20-22		
	18-24-6	16-22-10	20-22-6		
	18-6-24	16-10-22	20-6-22		
50	8-20-22	18-18-22	6-22-22		
	20-22-8	18-22-10	22-6-22		
	20-8-22	18-10-22			
	10-18-24	8-20-24	8-18-24		
	16-24-10	20-24-6	18-24-8		
	16-10-24	20-6-24	18-8-24		
52	10-20-22	10-18-24	8-22-22		
	20-22-10	18-24-10	22-8-22		
	20-10-22	18-10-24			
	6-22-24	8-20-24			
	22-24-6	20-24-8			
	22-6-24	20-10-24			

本発明に係るモノ長鎖トリグリセリドは、若干の食品応用、例えば、クッキング油でジ長鎖トリグリセリドよりも好ましい。分子蒸留は、LLM/MLM型トリグリセリドからMLM/MLMを分離でき、且つ炭素数濃度の組成をシフトすることができるが、炭素数に従ってトリグリセリドを分別することができない。組成はトリグリセリドの融点に大きい影響を及ぼすので、分子蒸留による分別は、重要な道具である。

また、無溶剤または溶剤結晶分別は、高融点LLM/MLMトリグリセリドからMLM/MLM型トリグリセリドを分別することができる。ペヘン酸MCTは約70°F(21°C)で溶剤なしに分別する一方、ステアリン酸またはステアリン酸/ペヘン酸MCTは約60°F(16°C)で分別する。結晶化および濾過は、通常、2回または3回繰り返す。

低カロリー脂肪の用途

本発明の低カロリー脂肪は、低カロリー上の利益を与えるために脂肪および非脂肪成分を含む脂

肪含有食品組成物における通常のトリグリセリド脂肪の部分または全代替物として使用できる。カロリーの有意な減少を得るためには、食品組成物の全脂肪の少なくとも50%、または食品のカロリー値の少なくとも20%が低カロリー脂肪からなることが必要である。一方、全脂肪が本発明の低カロリー脂肪100%までからなり、且つカロリーの約50%までを構成する時に、本発明の非常に低いカロリー、このように高度に望ましい食品組成物は、得られる。

本発明の低カロリー脂肪は、各種の食品および飲料製品で有用である。例えば、脂肪物質は、いかなる形態の焼き上げ品、例えば、ミックス、貯蔵安定性焼き上げ品、および冷凍焼き上げ品の製造で使用できる。可能な応用としては、限定せずに、サンドイッチクッキーおよびチョコレートチップクッキー、特に米国特許第4,455,333号明細書に記載の貯蔵安定な2テクスチャー化クッキーを含めて、ケーキ、チョコレートケーキ、マフィン、パーククッキー、ウェーファー、ビスケ

ット、ペーストリー、パイ、バイクラスト、およびクッキーが挙げられる。焼き上げ品は、果物、クリーム、または他のフィリングを含むことができる。他の焼き上げ品の用途としては、パンおよびロール、クラッカー、プレッツェル、パンケーキ、ワッフル、アイスクリームコーンおよびカップ、イーストでふくらました焼き上げ品、ピザおよびピザクラスト、焼き上げデンプン質スナック食品、および他の焼き上げ加塩スナックが挙げられる。

焼き上げ品中での用途に加えて、低カロリー脂肪は、ショートニングおよび油製品を調製するために単独で使用でき、または他のレギュラーカロリー油脂と併用できる。好適なレギュラー油脂源としては、限定せずに、(1) 大豆、トウモロコシ、ヒマワリ、ナタネ、低エルカ酸ナタネ、コノラ、綿実、オリーブ、サフラワー、ゴマ種子などの植物油脂；(2) タロー、ラードなどの肉脂肪；(3) マリン油；(4) ココナッツ、パーム、パーム核、落花生などのナッツ油脂；(5) ミルク脂肪；(6) ココアバターおよびココアバター代

替物、例えば、シア、またはイリベバター；および(7) 合成脂肪が挙げられる。ショートニングおよび油製品としては、限定せずに、ショートニング、マーガリン、スプレッド、バターブレンド、ラード（クッキングおよびフライング油）、サラダ油、ハゼトウモロコシ油、サラダドレッシング、マヨネーズ、および他の食用油が挙げられる。

また、本発明の低カロリー脂肪は、ビタミンおよびミネラル、特に脂溶性ビタミンで強化できる。米国特許第4, 034, 083号明細書は、脂溶性ビタミンで強化されたポリオール脂肪酸ポリエステルを開示している。脂溶性ビタミンとしては、ビタミンA、ビタミンD、ビタミンE、およびビタミンKが挙げられる。ビタミンAは、式 $C_{20}H_{29}OH$ の脂溶性アルコールである。天然ビタミンAは、通常、脂肪酸でエステル化された状態で見出される。また、ビタミンAの代謝的に活性の形態としては、対応アルデヒドおよび酸が挙げられる。ビタミンDは、くる病および他の骨格障害の治療および予防で使用することが周知

の脂溶性ビタミンである。「ビタミンD」は、ステロールからなり、且つビタミンD型活性を有する少なくとも11種のステロールがある。ビタミンE（トコフェロール）は、本発明で使用できる第三脂溶性ビタミンである。4種の異なるトコフェロールが同定されており（ α 、 β 、 γ および δ ）、それらのすべては水に不溶性であるが油脂に溶ける油状の黄色液体である。ビタミンKは、少なくとも3種の形態で存在し、すべてはキノンとして既知の化学化合物の群に属する。天然脂溶性ビタミンは、 K_1 （フィロキノン）、 K_2 （メナキノン）、および K_3 （メナジオン）である。本発明の低カロリー脂肪物質を強化するために本発明で使用する脂溶性ビタミンの量は、変化できる。所望ならば、低カロリー脂肪は、脂溶性ビタミンのいずれか、またはそれらの組み合わせの推奨1日許容量（RDA）、またはRDAの増分または倍量で強化できる。

脂肪に溶けないビタミンは、同様に本発明の低カロリー脂肪に配合できる。これらのビタミンの

うちには、ビタミンB複合ビタミン、ビタミンC、ビタミンG、ビタミンH、およびビタミンPがある。ミネラルとしては、ダイエットで有用であることが既知の各種のミネラル、例えば、カルシウム、マグネシウム、および亜鉛が挙げられる。ビタミンとミネラルとのいかなる組み合わせも、本発明の低カロリー脂肪で使用できる。

本発明の低カロリー脂肪は、特定の種類の食品および飲料成分との組み合わせで特に有用である。例えば、脂肪を無カロリーまたは低カロリー甘味料単独または増量剤との組み合わせで併用する時に、余分のカロリー減少上の利益は、達成される。無カロリーまたは低カロリー甘味料としては、限定せずに、アスパルテーム；サッカリン；アリテーム；タウマチン；ジヒドロカルコン；シクラレート；ステビオシド；グリシルリチン；ダルシン（Dulcin）、P-4000などの合成アルコキシ芳香族物質；スクロース；スオサン；ミラクリン；モネリン；ソルビトール、キシリトール；クリン；シクロヘキシルスルファメート；置換イミ

ダソリン；アセサルフェーム、アセスルファーム-K、*n*-置換スルファミン酸などの合成スルファミン酸；ペリラルチンなどのオキシム；レバウジオシド-A；マロン酸アスパルチル、スカニリン酸などのペプチド；ジペプチド；*gem*-ジアミノアルカン、*m*-アミノ安息香酸、*l*-アミノジカルボン酸アルカン、或る α アミノジカルボン酸と gem -ジアミンとのアミドなどのアミノ酸をベースとする甘味料；および3-ヒドロキシ-4-アルキルオキシフェニル脂肪族カルボキシレートまたは複素環式芳香族カルボキシレートが挙げられる。

増量剤または増粘剤は、多くの食品組成物で低カロリー脂肪との組み合わせで有用である。増量剤は、非消化性炭水化物、例えば、ポリデキストロースおよびセルロースまたはセルロース誘導体、例えば、カルボキシメチルセルロース、カルボキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、メチルセルロースおよびマイクロクリスチンセルロースであることができる。他の好適な増量剤としては、糖アルコール、例えば、ソルビト

ールおよびマンニトール、および炭水化物、例えば、ラクトースを含めて、ゴム（ヒドロコロイド）、デンプン、デキストリン、発酵ホエー、豆腐、マルトデキストリン、ポリオールが挙げられる。

同様に、各々の組み合わせ利益を達成するために本発明の低カロリー脂肪をダイエット繊維と組み合わせた食品および飲料組成物は、調製できる。「ダイエット繊維」とは、哺乳動物酵素による消化に抵抗性の複合炭水化物、例えば、植物細胞壁および海藻で見出される炭水化物、および微生物発酵によって産生されるものを意味する。これらの複合炭水化物の例は、ぬか、セルロース、ヘミセルロース、ペクチン、ゴムおよび粘液、海藻エキス、および生合成ゴムである。セルロース繊維源としては、植物、果物、種子、穀物、および人造繊維（例えば、細菌合成による）が挙げられる。精製植物セルロース、セルロースフラワーなどの商業的繊維も、使用できる。天然産繊維としては、全柑橘果皮、柑橘アルベド、テンサイ、柑橘バル

ブおよび小胞固形分、リンゴ、アンス、およびスイカ皮からの繊維が挙げられる。

これらのダイエット繊維は、粗形態または精製形態であってもよい。使用するダイエット繊維は、単一型（例えば、セルロース）、複合ダイエット繊維（例えば、セルロースおよびペクチンを含む柑橘アルベド繊維）、または繊維の或る組み合わせ（例えば、セルロースおよびゴム）を有していてもよい。繊維は、技術上既知の方法によって加工できる。

また、低カロリー脂肪は、微量の任意のフレーバー、乳化剤、スパッタリング防止剤、粘着防止剤、酸化防止剤などを含有できる。

勿論、判定は、適当な低カロリー脂肪およびこれらの脂肪組成物と他の食品成分との組み合わせを使用するために行うべきである。例えば、甘味料と脂肪との組み合わせは、2種の特定の利益が望まれない場合には使用されないであろう。脂肪／脂肪成分組み合わせは、適当な場合には適量で使用される。

多くの利益は、単独で使用するか前記成分と併用する時に本発明の低カロリー脂肪を食品および飲料組成物で使用することから得られる。主要な利益は、脂肪を全部または部分的脂肪代替物として使用する時に達成されるカロリー減少である。このカロリー減少は、本発明の脂肪組成物を低カロリー甘味料、増量剤、または他の低カロリーまたは無カロリー脂肪と併用することによって増大できる。この使用から得られる別の利益は、ダイエット中の脂肪の合計量の減少である。また、トリグリセリド脂肪の代わりに低カロリー脂肪を使用して製造される食品または飲料は、コレステロールがより少ないであろうし、これらの食品の摂取は、減少された血清コレステロール、このようにして心臓病の危険の減少をもたらすことができる。

関連の利益は、低カロリー脂肪の使用が貯蔵安定性および浸透安定性に関して安定である食品および飲料の製造を可能にすることである。低カロリー脂肪を使用して調製された組成物は、許容可

能な官能的性質、特に味およびテクスチャーを有する。

ダイエット食品は、特殊なダイエットニーズ、例えば、肥満、糖尿病、または高コレステロール血症であるものの特殊なダイエットニーズを満たすために低カロリー脂肪を使用して製造できる。低カロリー脂肪は、低脂肪、低カロリー、低コレステロールダイエットの大部分であることができ、且つ単独または薬物療法または他の療法との組み合わせで使用できる。低カロリー脂肪を使用して製造された食品または飲料製品の組み合わせは、前記利益の1以上を与えるために低カロリー脂肪を単独または前記成分の1以上との組み合わせで含有するこれらの製品1以上をベースとする全ダイエット管理養生法 (regimen) の一部分として使用できる。

低カロリー脂肪の用途、組み合わせ、および利益のこの議論は、限定または包括的であることを意図しない。本発明の精神および範囲内に入るであろう他の同様の用途および利益は、見出だすこ

とができることが意図される。

作製方法

本発明の低カロリー脂肪に用いられるトリグリセライドは広範な種々の技術によって作製できる。例えば、

(a) 長鎖トリグリセライド (例えば、トリステアリンまたはトリベヘニン) および中鎖長トリグリセライドのランダム転位

(b) 対応する脂肪酸の混合物とグリセロールのエステル化

(c) 中、長鎖脂肪酸メチルエステルの混合物とグリセロールとのエステル交換反応

(d) 長鎖脂肪酸グリセロールエステル (例えば、グリセリルベヘネート) と中鎖トリグリセライドとのエステル交換反応

トリグリセライドのランダム転位は、グリセロールの脂肪酸とのエステル反応のように従来技術で良く知られている。これらの主題の議論については、HamiltonらのFats and Oils: Chemistry and Technology 93乃至96頁、Applied Science

cc Publishers Ltd. London (1980)、およびSvernのBailey's Industrial Oil and Fat Products, 3d ed., 941乃至943頁および958乃至965頁 (1964) を参照せよ。両者とも参考文献として本明細書に参考として挿入。エステル交換反応は、また、Bailey'sの958乃至963頁に一般的に論議されている。

脂肪酸自体または天然に生成する脂肪および油脂は低カロリートリグリセライドを作製するための脂肪酸源として作用する。例えば、ハロゲン化大豆油およびハロゲン化高エルカ酸なたね油は、夫々、ベヘン酸の良い源泉である。奇数の長さの長鎖飽和脂肪酸はある種の海産油中に発見できる。中鎖飽和脂肪酸は、ココナット、やし仁、ハバス - やし油から得られる。それらは商業的中鎖長トリグリセライド、例えばオハイオ州のCapital City Products of Columbus によりCaptax 300というブランドで入手できる。

本発明のトリグリセライドを作るに有用なトリベヘニンはベヘン酸または、分別されたベヘン

酸メチルから酸のエステル化により、またはベヘン酸メチルとグリセロールとのエステル交換反応によって作り得る。更に重要なことは、ベヘン酸と中鎖脂肪酸との混合物がグリセロールでエステル化され得る。その他の長鎖脂肪酸 (C_{18} , C_{20} その他) もこの製法の一部である。同様に、メチルエステル混合物もグリセロールとエステル交換されることができる。

本発明の低カロリー脂肪は一般的には上記のトリグリセライドを追加的脂肪または油脂成分と混合して作られる。しかし、本発明はその作製方法により制限されるものではなく、脂肪や油脂を作る従来技術に知られるその他の方法も使用できる。脂肪は精製され、漂白され、脱臭され、または、本発明の目的と不一致を起こさないその他の方法で加工される。

低カロリー脂肪は追加的分別により特定の製品性能要件を満足させるために修正できる。溶剤および非溶剤結晶分別または分別蒸溜方法 (例えば、上記の分子蒸溜) が性能を最適化するために用い

られる。標準分別方法は、ApplewhiteのBailey's Industrial Oil and fat Products, Vol. 3, 4th ed (1985) 1乃至39頁, John Wiley & Sons, New Yorkに論ぜられ、ここに参考文献として挿入される。

本発明の低カロリー脂肪の分別蒸溜は分子蒸溜に限られず、従来からの蒸溜（連続またはバッチ）をも含む。脂肪の合成後、過剰の中鎖トリグリセライドの大部分を除くために従来からのバッチ蒸溜技術を使用し、次に分子蒸溜に連続するのが一般的である。真空についての要件は厳密なものではなく、使用される温度は分子蒸溜に対し通常の蒸溜において高くなり得る。通常の蒸溜温度は一般に405°F（207℃）乃至480°F（249℃）である。絶対圧力は8mmHg未満、さらに好ましくは2mmHg未満である。蒸溜は水蒸気、窒素または他の不活性ガス（例えばCO₂）を噴霧することによって助けられる。蒸溜は過剰MCTの一部、過剰MCTの大部分、を除くために行われ、モノ長鎖（MLMとLMM）成分とを留出するた

めに行われる。

脂肪の結晶分別は溶剤を用いず、または使用して、また攪拌付き、または攪拌なしで行われる。結晶分別は数回繰り返えられる。結晶分別は高融点物を除くのに特に有効である。溶剤なしのペヘンMCTの分別は炭素数50および52のLLMおよびLML成分を除くために使用され、これが脂肪の融解状況（melting profile）を順に変えるのである。

分析方法

A. 1. CNP/HPLC方法

本発明のトリグリセライドの炭素数プロフィールは高性能液体、クロマトグラフ（HPLC）で測定できる。この方法はまた中鎖トリグリセライド、モノ長鎖およびジ長鎖トリグリセライドのパーセントを測定する。分析すべきトリグリセライド試料はマス（蒸発性光散乱）検出器を装備した逆相液体クロマトグラフィー（LC）に注入される。アセトニトリル中にメチレンクロリドを増加させる線状勾配は脂肪酸鎖長によりトリグリセ

ライドのすべてを分離するのに用いられる。保持時間は脂肪酸鎖長を増すにつれて増加する。このようにして、中鎖トリグリセライドは最初に留出され、次にモノ長鎖および次にジ長鎖トリグリセライドが留出する。

装置

ディスペンサー 1 mL, American Scientific #P4952-1または同等品、American Scientific Products, 1430 Waukegan Rd., McGaw Park, IL 60085

バスツールヒイ ベット（ガラス）品、Fisher #13-878-7A, または同等品、Fisher Scientific Co., (Pasteur 203 Fisher Bldg., Pittsburgh, pipets, glass) PA 15219

びん（ガラス） 滴裏打ちキャップを持つ2つの（Vials, glass）ドラム

自動サンプラー 2 mL, Fisher #03-340-SG, びん Fisher Scientific Co. (Autosampler vials)

びん コップ PTFE Rubber, Fisher #03-340-13C, Fisher Scientific Co. (Vial caps)

LC カラム 2 Beckman Ultrasphere ODS, (LC columns) 5 μm, 0.46 cm i.d. x 25 cm, Beckman Instruments, Inc., 2500-T Harbor Blvd., Fullerton, CA 92634

LC システム Hewlett-Packard 1090L with Ternary DR5 pump, 可変容積注入器、自動サンプラー加熱カラムコンパートメントおよびカラムスイッチングバルブ Hewlett-Packard Co., Scientific Instruments Div., 1601-T California Ave., Palo Alto, CA 94304

質量検出器 Applied Chromatography (Mass detector) Systems #750/14, Varox Corp., 12221 Parklane Dr., Rockville, MD 20852

レコーダー Kipp & Zonen #BD40, or equivalent, Kipp & Zonen, Div. of Enraf-Nonius, 390-T Central Ave., Bohemia, NY 11716

実験室自動化 システム Hewlett-Packard 3357, または同等品 Hewlett-Packard Co., (Laboratory)

Automation System) (LAS)	Scientific Instruments Div.
フィルター	Gelman #4451, 0.2 μ m, または同等品、Gelman Instrument Co., 605-T S. Vaguer Rd., Ann Arbor, MI 48106
溶剤分類キット	Waters #85124, Waters Instruments, Inc., 2411-T 7th St. N.W., Rochester, MN 55901
注射器	5 ml. ディスポーザブル, Fisher #14-823-200, または同等品 Fisher Scientific Co.
試 薬	
メチレンクロリド	Burdick and Jackson, UV Grade, American Scientific #300-4L, American Scientific Products
アセトニトリル	Burdick and Jackson, UV Grade, American Scientific #015-4L, American Scientific Products

試料調製

- 2ドラムびんへ0.1gの融けた試料を秤る。

- 1mlのメチレンクロリドをびんに別け完全に混合する。

- 0.2 μ mのフィルターを通して試料溶液を自動サンプラーびんに注過する。

L A S 法とシーケンス調製 (sequence preparation)

- 積分法 (integration method) を設定し、インストラクションに対しては H P - 3 3 5 7 クイック参考ガイド (Quick Reference Guide) を参照。補正表は表2に示す。

- L A S 試料シーケンスを試料の適当な番号として設定し、必要に応じて参考ガイドを参照。

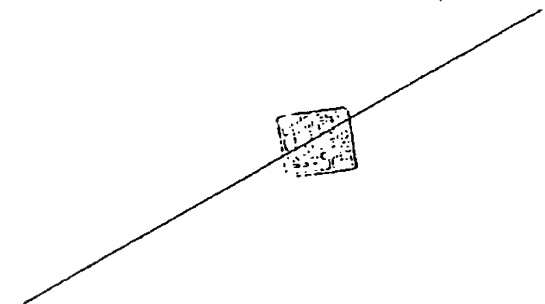


表 2
補 正 表

時 間	ファクター	量	ピーク名称
1. 3.48	1.000000	1.000000	C22
2. 3.80	1.000000	1.000000	C24
3. 4.18	1.000000	1.000000	C26
4. 4.30	1.000000	1.000000	C28
5. 4.65	1.000000	1.000000	C30
6. 5.32	1.000000	1.000000	C32
7. 6.01	1.000000	1.000000	C34
8. 6.80	1.000000	1.000000	C36
9. 7.87	1.000000	1.000000	C38
10. 8.98	1.000000	1.000000	C40
11. 10.31	1.000000	1.000000	C42
12. 11.88	1.000000	1.000000	C44
13. 13.49	1.000000	1.000000	C46
14. 15.35	1.000000	1.000000	C48
15. 17.28	1.000000	1.000000	C50
16. 19.49	1.000000	1.000000	C52
17. 21.60	1.000000	1.000000	C54
18. 23.87	1.000000	1.000000	C56
19. 26.18	1.000000	1.000000	C58
20. 28.50	1.000000	1.000000	C60
21. 30.77	1.000000	1.000000	C62
22. 33.03	1.000000	1.000000	C64
23. 35.24	1.000000	1.000000	C66

L C 作業

A. 開 始

- H P 1 0 9 0 のパワーをオンにする。
- 総べての溶剤を注過装置で注過する。
- 注過された溶媒でタンクを満たす。タンク A にはアセトニトリルを含み、タンク B にはメチレンクロリドを含む。

L C の背後でヘリウムトグルバルブを開き、最少5乃至10分で溶剤を脱ガスする。ヘリウムトグルバルブを閉じる。

- 以下の設定に質量検出器を設定する。

アテニュエーション (attenuation)	2
ホトマルチプライヤー (photomultiplier)	2
タイムコンスタント (time constant)	5
流発器設定	50
空 素	12 psi

- 必要なら H P 1 0 9 0 に基づく表3の可動相勾配法を設定する。プログラム指示のため H P 1 0 9 0 作業本ハンドブックを参照せよ。一度、この方法がプログラムされると、パワーが切

れても、また装置の栓がなくてもそれが消されるまでメモリーに残る。

表 3

可動相勾配プログラム

方法 1

THCT

SDS CONFIG A-1 B-1 C-0

FLOW - 2

%B-35 C - 0

OVEN - 40 INJ VOL - 10 SLOWDOWN - 5

MAX PRESS - 300

MIN PRESS - 0

STOP TIME - 40.1

POST TIME - 5

COLUMN SWITCH - 0

E - 0 0 0 0

AT 0 E4 - 1

AT 0 %B - 35 %C - 0

AT .1 E4 - 0

AT 40 %B - 55 %C - 0

積分法（表2）の教示に従って記録を生じる。記録はトリグリセライド試料の与えられた炭素数に対しピークナンバー、残留時間および面積パーセントを載せる。

2. ピークの残留時間がカラム使用の函数としてシフトするので、リファレンススタンダードピークの適当な識別を照合する。ピークが違ったラベルを付けられるならば、積分法の残留時間表を修正し、新しい記録を発生させるためのシーケンスを再分析する。

3. クロマトグラフはデータを理解するためにはしばしば役立つ。クロマトグラフを発生させるにはCPILOTを用いた。

2. CNP - GC法

本発明のトリグリセライドの炭素数プロフィール（CNP）は、分析のためにメチルシリコンで覆われた溶融シリカの短いカラムと分子量での組成の特定化を用いるプログラム化された温度ガスクロマトグラフ（GC）により測定できる。グリセライドはそれぞれの炭素数に応じて分離され、

B. 自動サンプラー操作

1. 満たされた自動サンプラーびんを自動サンプラーホルダーにおきスペース“0”でスタートする。自動サンプラーが“0”でナンバリングを開始し、LASが“1”でナンバリングを開始し、連続ナンバーが1ずつシフトする。

2. 注入のナンバーに対し自動サンプラーをプログラムしてスタートする。ハンドブック参照。
リファレンススタンダード（Reference Standard）

リファレンススタンダードが適切なLC/検出器・操作を確保し、トリグリセライドのピークの識別を照合するために用いられる。代表的にはよく特定化された物質が使用される。このような物質が入手できない時は、商業的物質、例えばNu Chek Prep 50 Aおよび51 Aが置換され得る（Nu Chek Prep, Inc., P.O. Box 172, Elysian, MN 56028）。リファレンススタンダードは試料分析に先立つ夫々の日に分析される。

結 果

1. 夫々の試料が分析されるので、LASは

炭素数は組み合わされた脂肪酸残基上の全炭素原子数を定義する。グリセロール分子上の炭素原子は数えられない。同じ炭素数を持つグリセライドは同じピークとして溶出する。例えば、3個のC₁₆（パルミチン）脂肪酸残基から成るトリグリセライドは1個のC₁₄（ミリスチン）、1個のC₁₆および1個のC₁₈（ステアリン）脂肪酸残基からできたトリグリセライドと、2個のC₁₄脂肪酸残基と1個のC₂₀（アラキン）脂肪酸残基とで共溶出する。

分析のための脂肪試料の調製は以下の通りである。

1. 0 mlのトリカブリン内部標準溶液（2マイクログラム/ml）をびんの中へビペットで入れる。標準溶液中のメチレンクロリド溶剤は窒素気流下に水蒸気浴を用いて、蒸発される。脂肪試料の2滴（20乃至40マイクログラム）をびんの中へビペットで入れる。脂肪試料が固体ならば、水蒸気浴で溶かし代表的試料を確保するために十分攪拌する。ビス（トリメチルシリトリフロロアセタ

ルミド) (BSTFA) の 1.0 ml を次にキャップされるびん中へビペットで入れる。びんの内容物を激しくしんとし、次に、約 5 分間ビードブロック (100℃) 中に置く。

調製された脂肪試料の CNP・GC を測定するため、温度プログラミングおよび水素焰イオン検出器を備えた Hewlett-Packard 5580A シリーズガスクロマトグラフが Hewlett-Packard 3351B のデータ系とともに使用される。メチルシリコーン (Chromapak CP-SIL 5) の薄層で覆われた 2 m 長 0.22 mm 径の溶融されたシリカ毛细管カラムも使用される。温度プログラマーによる特定化したパターンにより温度が制御され増加するオープン中でカラムを加熱する。水素焰イオン検出器がカラムの出口のポートに付着される。検出器により発生するシグナルは電位計により、データ系統と記録計に対する作用入力シグナルへ増幅される。記録計はガスクロマトグラフ曲線を印刷し、データ系統は曲線下の面積を電氣的に記録する。以下の装置条件がガスクロマトグラ

フで使用される。

セプタムパージ (septum purge)	1 ml/分
入口圧力	5 lbs/in ²
噴出口流れ	75 ml/分
メイキャップキャリアー	30 ml/分
水素	30 ml/分
空気	400 ml/分

1.0 マイクロリットルの調製された脂肪試料をガス気密注射器で取りガスクロマトグラフの試料ポートに注入する。試料ポート中の成分を 365℃ の温度に暖めヘリウムキャリアーガスで洗い流し成分をカラムに押し入れる。カラム温度を最初に 175℃ にセットし、この温度で 0.5 分間保つ。カラムを次に最終 355℃ の温度に 25℃/分の割合で加熱する。カラムを追加 2 分間 355℃ の最終温度で維持する。

発生したクロマトグラフピークを次に識別し、ピーク面積を測定した。ピーク識別は比較により以前にデータ系に予めプログラムされた既知の純粋なグリセライドによって行われる。データ系に

より決定されるピーク面積は以下の式により特定の炭素数 (C_N) を持つグリセライドのパーセントを計算するために用いられる。

$$\% C_N = (C_N / S \text{ の面積}) \times 100$$

ここで S = 発生するすべてのピークに対し C_N の面積の合計

C_N 面積はクロマトグラフによって生じる特定の炭素数のグリセライドに対する応答因子を掛け合わせた実際の因子にもとづいている。これらの応答因子は種々な炭素数の純粋なグリセライドの混合物の実際の応答を混合物中のそれぞれのグリセライドの既知量に比較することによって測定される。その実際の量よりも大きい実際の応答を生ずるグリセライドは 1.0 未満の応答因子を持つ。同様に、その実際の量の応答を超えない応答を生ずるグリセライドは 1.0 を超える応答因子を持つ。使用されるグリセライドの混合物 (メチレンクロリド溶液で) は以下の通りである。

成 分	炭素数	量 (mg/ml)
パルミチン酸	16	0.5
モノパルミチン	16	0.5
モノステアリン	18	0.5
ジパルミチン	32	0.5
パルミトステアリン	34	0.5
ジステアリン	36	0.5
トリパルミチン	48	1.5
ジパルミトステアリン	50	1.5
ジステアロパルミチン	52	1.5
トリステアリン	54	1.5

8. 脂肪酸組成物

原 理

本発明の低カロリー脂肪酸を含むトリグリセライドの脂肪酸組成物はガスクロマトグラフにより測定される。第一に、トリグリセライドの脂肪酸エチルエステルはどの標準方法 (例えば、ナトリウムエトキシドを使用したエステル交換反応) でも作製され、次に、DB・WAX 固定相で覆われる毛细管カラム上で分離される。脂肪酸エチル

エステルは鎖長および不飽和度により分離される。スプリット注入は塩イオン化測定によってなされる。定量分析は2重の内部標準方法を使用して行われる。この方法はC₆からC₂₄の脂肪酸エチルエステルを分離できる。

装 置

ガスクロマトグラフ Hewlett-Packard 5890, または同等品で、スプリットインジェクターおよび塩イオン化測定器を備えた
Hewlett-Packard Co.,
Scientific Instruments Div.,
1601-T California Ave., Palo
Alto, CA 94304

自動サンプラー Hewlett-Packard 7673A, またはインジェクター 同等品
カラム

カラム 15 m x 0.25 mm
J.D., DB-WAXで被覆した溶融シリカ毛細管カラム (0.25ミクロンのフィルム厚さ)
Hewlett-Packard Co.,
Scientific Instruments Div.

化およびガスクロマトグラフ分析を照合するために用いられる。不足のリファレンススタンダードは以下の脂肪酸組成物を持つ。0.5% C_{14:0}, 2.1% C_{16:0}, 9.2% C_{18:0}, 40.3% C_{18:1}, 23.0% C_{18:2}, 2.2% C_{18:3}, 0.4% C_{10:0}, 1.3% C_{20:1}, および0.3% C_{22:0}。

FAMEのリファレンス混合物はヘキサンで希釈され機器中に注入される。FAMEリファレンス混合物の新しいびんは、高度に不飽和の成分、C_{18:2}およびC_{18:3}が容易に酸化するので毎日開放されるべきである。不足リファレンススタンダードは毛細管ガスクロマトグラフによる分析に先立つ試料によりエチル化されるべきである。リファレンススタンダードからの結果は既知の値および完成した分析に関してなされた判断と比較すべきである。リファレンススタンダードの結果が既知の値の±標準偏差に等しいか、またはそれ以内であるならば、装置、試薬および操作は満足に行われている。

データシステム Hewlett-Packard 3350, 3000-T
Hanover St., Palo Alto, CA
94304

記録計 Kipp & Zonen, BD40, Kipp & Zonen

試 薬

ヘキサン Burdick & Jackson, または同等品、American Scientific Products

リファレンススタンダード

2つのリファレンススタンダードがこの方法の適切な操作を証明するために操作を行う毎日に使用される。1) 脂肪酸メチルエステル (FAME) のリファレンス混合物が機器の操作を照合するために使用される。このリファレンス混合物は以下の脂肪酸組成物を持つ。1% C_{14:0}, 4% C_{16:0}, 3% C_{18:0}, 45% C_{18:1}, 15% C_{18:2}, 3% C_{18:3}, 3% C_{20:0}, 3% C_{22:0}, 20% C_{22:1} および3% C_{24:0}。商業的に不足 (Shortening) のリファレンススタンダードは全系の操作エチル

操 作

A. 機器設定

1. ガスクロマトグラフ中にカラムを入れ、機器条件を表4にあるように設定する。
2. 適当な方法でデータ系を設定し、データを得て分析する。残留時間を機器変動により方法中で調整すること。HP3350需要家リファレンスマニュアルを行うかについてデータ系リファレンスマニュアルについて相談せよ。統一応答因子が欠乏の成分について使用される。
3. 試料についての分析の不足リファレンススタンダードを得て、それを試料でエチル化する。

表 4
機 器 条 件

機 器	Hewlett-Packard 5890
カラム	0.25 μ フィルム厚さのDB-VAX で被覆された15 ϕ x 0.25 mm 内径
カラムヘッド圧力	12.5 psi
キャリアーガス	ヘリウム
インジェクター "A" 温度	210 $^{\circ}$ C (410 $^{\circ}$ F)
スプリットベントフロー	100 ml/分
隔壁パージ	1.5 ml/分
オープン温度状況	
初期温度	110 $^{\circ}$ C (230 $^{\circ}$ F)
初期時間	1分
割合1	15 $^{\circ}$ C/分
最終温度1	170 $^{\circ}$ C (338 $^{\circ}$ F)
最終時間1	0分
割合2	6 $^{\circ}$ C/分
最終温度2	200 $^{\circ}$ C (392 $^{\circ}$ F)
最終時間2	0分
割合3	10 $^{\circ}$ C/分
最終温度3	220 $^{\circ}$ C (428 $^{\circ}$ F)
最終時間3	8分
検出器	FID
ディテクター温度	230 $^{\circ}$ C (446 $^{\circ}$ F)
メークアップガス	30 ml/分
検出器 H ₂ 流	30 ml/分
検出器 空気流	300 ml/分

1. 0マイクロリットルをシーケンス系へ入れる。
ガスクロマトグラフを自動的に温度プログラムを
開始し、データー系がシーケンスのためのデーター
を集め分析する。

5. データーが2つの内部スタンダード手順
で分析される。

C₆乃至C₁₆成分の絶対量(試料のg当りエス
テルのag)がC₉内部スタンダードから計算され
る。C₁₈、C₂₀、C₂₂およびC₂₄成分の絶対量が
C₂₁内部スタンダードから計算される。脂肪酸の
重量%は、これらの量から計算される。

以下の例が本発明を更に説明するためにのみ意
図され、特許請求の範囲により定義されている本
発明の範囲を制限するために意図されてはならな
い。

例 1

本発明による低カロリー脂肪はトリベヘニンと
商業的等級の中鎖トリグリセライドのランダム転
位により作られる。

トリベヘニンは先ずグリセロールと、以下の脂

B. 試料の分析(試料は2重内部スタンダードで
分析される)

1. FAMEのリファレンス混合物をヘキサ
ンで希釈。メチルエステルはヘキサン中で約2%
となるべきである。この溶液の1マイクロリット
ーを自動サンプラーを経出して注入する。結果は
リファレンススタンダードの部分の標準に合わな
ければならない。

2. 2つの異なる内部スタンダードC₉お
よびC₂₁トリグリセライドを加えて分析されるべ
きトリグリセライド試料を調製する。(C₉およ
びC₂₁トリグリセライドは9の炭素および21の
トリグリセライド100%から成る商業的スタン
ダードである)。内部スタンダードを少くとも試
料の10重量%で各試料に加える。各試料(内部
スタンダードを含む)を次に、いずれかの標準方
法でエチルエステルに変換する。

3. LASデーター系におけるシーケンスを
設定し試料を注入する。

4. 自動サンプラーを活性化して試料の

脂肪酸組成物を持つメチルエステルの混合物とを反
応させて合成する。重量で7.5%のC_{18:0}、
7.4%のC_{20:0}、82.4%のC_{22:0}、および
2.7%のC_{24:0}のメチルエステル88.6
lbsを6時間142gのナトリウムメトキシド触
媒とともに7.2lbsのグリセロールと、ステン
レススチールの反応器中で10mmHgの絶対圧力の
真空下で機械的攪拌、還流、窒素噴霧を用いて反
応させる。反応の間、温度を次第に120 $^{\circ}$ C
(248 $^{\circ}$ F)から160 $^{\circ}$ C(320 $^{\circ}$ F)へ上昇さ
せる。6時間の終わりに反応混合物を120 $^{\circ}$ C
(248 $^{\circ}$ F)に冷却し、触媒を75%のリン酸
181gで中和する。反応混合物を濾過して生成
したリン酸ナトリウムを除去する。残留メチルエ
ステルを除去するために、72lbsの濾過された
脂肪を窒素噴霧、機械的攪拌、および8乃至8
mmHgの絶対圧力の真空を用いて240 $^{\circ}$ C(464
 $^{\circ}$ F)乃至280 $^{\circ}$ C(536 $^{\circ}$ F)で4時間ストリッ
プし、次に1時間水を用いて同じ条件下でストリ
ップする。製品トリベヘニンの炭素数プロフィー

ル (HPLCで) は、1.3%のC₅₈, 2.9%のC₆₀, 19.2%のC₆₂, 18.4%のC₆₄, 48.9%のC₆₆, 4.4%のC₆₈および4.9%のその他である。

24.8 lbs のトリベヘニンがステンレススチール容器の中で攪拌され、触媒として0.2%のナトリウムメトキシドを用いて57.9 lbs の商業等級中鎖トリグリセライドとの反応によるランダム転位を受ける。中鎖トリグリセライドには約68%のカプリル酸、30.5%のカプリン酸、1%未満のカブロン酸および0.5%のラウリン酸が含まれる。反応は以下の条件下で起こる。

時 間	温 度	反 応
0	190°F (88°C)	反応物質が30gの触媒とともに容器に加える。
20分	196°F (91°C)	43g以上の触媒を加える。
40分	172°F (78°C)	15g以上の触媒を加える。
55分	172°F (78°C)	触媒を、118gの75%りん酸を加えて中和する。
1時間23分	172°F (78°C)	約1.4 lbs の活性炭およ

び約1.4 lbs の漂白剤を

反応混合物に加える。

2時間58分 172°F (78°C) 反応混合物を約400gの

フィルター補助物 (即ち

Kiesel Guhr) を使用し板

状およびフレーム濾体を通

して濾過する。

濾過製品74 lbs が得られる。HPLCで測定されるような製品の炭素数プロフィールが以下にベヘニンMCT, バッチ1におけるように表5に示される。

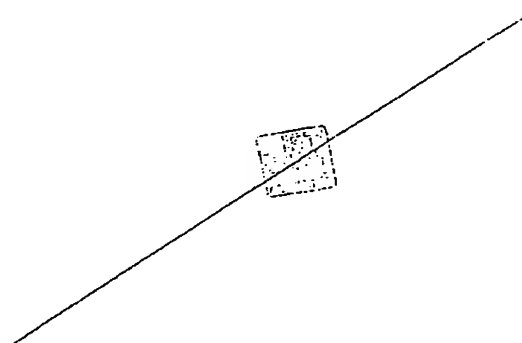


表 5

炭素数プロフィールと脂肪酸組成物

ステアリン/ベヘニンMCT	バッチ1	バッチ2	バッチ3	バッチ4
CNP				
24	2.4%			
26	9.8			
30	6.1			
32	9.4	1.2%		2.0%
34	25.8	17.2	3.9%	19.6
36	21.8	27.3	16.9	26.9
38	16.3	33.9	39.0	30.6
40	5.5	16.6	27.9	16.4
42	0.6	2.9	6.7	2.5
44		1.0	3.0	0.8
46			1.4	
FAC	バッチ1		バッチ3	バッチ4
C ₈	34.6%		29.8%	28.1%
C ₁₀	22.0		16.2	13.4
C ₁₂	0.4		0.1	0
C ₁₄	0		0	0
C ₁₆	2.9		1.1	1.4
C ₁₈	24.6		14.9	18.7
C _{18:1}	0.2		0	0
C _{18:2}	0		0	0
C _{18:3}	0		0	0
C ₂₀	3.1		5.7	5.1
C ₂₂	10.2		28.5	19.5
C ₂₄	0.2		0.5	0.3

ここに使用する“0%”とは、現在有効な分析方法では何物も検出されないことを意味する。

表 5 (続)

ベヘニンMCT

	バッチ	バッチ	バッチ	バッチ	バッチ	バッチ
CNP [†]	1	2	3	4	5	6 ^{**}
22	12.9					
24	17.9	0.4			1.6	
26	8.6	3.6			4.4	
28		5.9				
30	1.6	4.1		0.7	2.7	
32	2.1	1.1		0.5	1.5	0.1
34	2.5	4.6	0.8	1.5	2.5	0.3
36	4.6	13.0	9.4	9.9	9.5	2.5
38	20.6	35.3	37.7	39.5	35.5	29.0
40	15.2	27.4	39.9	37.1	33.7	47.2
42	3.1	6.1	13.8	10.8	8.7	17.6
44	0.4		0.5			0.9
48	0.9					0.3
50	1.1					0.4
52	5.0					0.4
54	1.6					0.1

* バッチ1乃至5はHPLCで、バッチ6はGC。

** 多重パス分子蒸溜を受け、次に76°F

(24.4°C) で非溶剤結晶分別を受ける。

表 5 (続)

F A C	バッチ 5	バッチ 6
C 6	0.9	0.2
C 8	28.5	22.9
C 10	19.3	23.8
C 12	0.3	0.4
C 14	0	0
C 16	0.3	0.1
C 18	0.7	0.8
C 18:1	0	0.1
C 18:2	0	0
C 18:3	0	0
C 20	2.6	3.4
C 22	44.0	43.4
C 24	0.5	1.0

ステアリン M C T

C N P	バッチ 1	バッチ 2
2 4		3.3
2 6	5.1	8.5
2 8		2.1
3 0	3.0	2.2
3 2	10.9	11.3
3 4	38.9	36.2
3 6	31.4	28.1
3 8	6.5	5.5
4 0	0.3	0.3
4 2	0.9	0.8
4 4	1.6	1.6

例 2

本発明によるステアリン／ベヘニン M C T は MMM, MLM, LMM, LLM, LML および LLL トリグリセライドの混合物を含むことが発見される。この混合物は分子蒸溜法によって分別されてモノ長鎖トリグリセライド (MLM と LMM) の濃度を増し、長鎖脂肪酸がこの場合ステアリンとベヘニンが支配的になる。14" 遠心分子蒸溜器が分別のために使用され、以下のよう

ベルジャー圧力	0.007 mmHg abs.
ガス抜きポンプ圧力	52℃ (126°F)
ガス抜き入口温度	100℃ (212°F)
ローターフィード温度	127乃至160℃ (261乃至320°F)
ローター残渣温度	127乃至165℃ (261乃至329°F)
フィードポンプ割合	22 lbs / 時間
蒸溜速度	1.5 lbs / 時間

以下の表 6 はトリグリセライドの組成が分別の

間、HPLC 炭素数および脂肪酸組成によって変わるかを例示する。分子蒸溜器を夫々通る毎に、留出物が貯わえられ分子蒸溜器を再び通過する。分子蒸溜器を通る 15 回のパスによって、得られる製品は増加した濃度の C₃₈, C₄₀ および C₄₂ トリグリセライドを有する。32 およびそれ以下の炭素数、および 48 およびそれ以上のトリグリセライドは製品から留去された。上記の表 1 は種々の炭素数によって表わされるあり得べきいくつかのトリグリセライドを例示する。C₃₈, C₄₀ および C₄₂ のトリグリセライドの濃度を増加させることによって、分別プロセスがモノ長鎖トリグリセライド (MLM および LMM) の濃度を増加させ、中鎖トリグリセライド (MMM)、ジ長鎖トリグリセライド (LLM および LML)、トリ長鎖トリグリセライド (LLL) の濃度を減少させる。ベヘニン M C T およびステアリン M C T は上述の方法と類似の方法で分別される。結果を表 7 および 8 に示す。

表 6

ステアリン／ベヘニン M C T

CNP	D9*	D10	D12	D14	D16	D18	D27
24	4.2	3.5	1.2	1.3			
26	9.9	8.9	4.1				
30	4.9	4.6	2.5	2.7	1.0	0.5	
32	6.5	6.4	4.9	5.4	3.2	2.0	
34	26.9	27.3	27.8	27.0	25.6	21.3	5.4
36	20.9	21.5	24.8	24.2	26.6	26.0	16.2
38	16.4	17.0	21.5	21.0	25.2	28.0	32.6
40	6.7	7.0	9.3	9.3	11.9	14.5	26.1
42	1.2	1.2	1.5	1.7	2.1	2.8	7.3
44		0.5	0.7	0.7	1.0	1.4	4.4
46					0.4	0.6	2.4
48					0.5	0.7	3.2
50							0.9
52							
54	0.5						

* "D 9" "D 10" などは分子蒸溜器を通過する連続的パス後に得られる留出分分別の試料を示す。

表 6 (続)

ステアリン/ベヘニンMCT

F A C	D 9	D10	D12	D14	D16	D18	D27
C ₆	0.8	0.8	0.8	0.8	0.7	0.6	0.4
C ₈	33.1%	33.3%	32.5%	32.9%	31.8%	31.0%	25.3%
C ₁₀	22.7	21.4	17.5	17.5	15.5	15.8	18.5
C ₁₂	0.5	0.4	0.3	0.3	0.2	0	0.3
C ₁₄	0	0	0	0	0	0	0
C ₁₆	2.7	2.6	2.5	2.5	2.0	1.7	1.1
C ₁₈	22.0	22.3	24.6	25.0	24.1	22.9	15.9
C _{18:1}	0	0	0	0	0	0	0
C _{18:2}	0	0	0	0	0	0	0
C _{18:3}	0	0	0	0	0	0	0
C ₂₀	2.9	3.0	3.6	3.6	4.0	4.3	4.5
C ₂₂	9.7	10.3	13.0	12.9	15.7	18.5	29.6
C ₂₄	0	0.2	0.2	0.2	0.3	0.4	0.8

表 7

ベヘニンMCT

C N P	フィード*	D 7	D 9	D11	D13	蒸溜残渣
24	5.0	1.3				
26	7.6	6.6	2.0			
30	2.7	5.7	2.7	0.8		
32	1.0	4.7	3.5	1.7	0.5	
34	1.1	4.7	5.4	2.7	1.1	
36	5.2	13.5	13.7	15.0	7.4	
38	28.5	32.6	36.9	39.6	38.1	3.1
40	29.8	25.0	29.0	33.3	38.5	12.3
42	9.8	5.2	6.7	9.3	12.5	10.5
44						0.4 1.8
46						0.6 1.6
48						2.7
50	0.9					9.4
52	5.9					34.3
54	2.6					20.8
56+						4.1

*分別以前

表 7 (続)

ベヘニンMCT

F A C	D 7	D 9	D11	D13
C ₆	1.3	1.2	1.0	0.8
C ₈	29.1	28.9	28.1	26.5
C ₁₀	21.7	17.3	16.7	18.8
C ₁₂	0.6	0.4	0.3	0.3
C ₁₄	0	0	0	0
C ₁₆	0.7	0.5	0.3	0.2
C ₁₈	2.2	2.0	1.6	1.2
C _{18:1}	0	0	0	0
C _{18:2}	0	0	0	0
C _{18:3}	0	0	0	0
C ₂₀	4.5	4.5	4.2	3.7
C ₂₂	40.1	42.2	43.2	43.7
C ₂₄	0.6	0.7	0.8	0.9

表 8 (続)

ステアリンMCT

F A C	D 11	D 14	D 16
C ₆	1.1	1.1	1.0
C ₈	32.9	33.3	32.4
C ₁₀	18.6	17.1	16.5
C ₁₂	0.3	0	0
C ₁₄	0	0	0
C ₁₆	4.7	4.8	0
C ₁₈	35.4	38.6	4.6
C _{18:1}	0	0	40.9
C _{18:2}	0	0	0
C _{18:3}	0	0	0
C ₂₀	0.2	0.2	0.3
C ₂₂	0	0	0
C ₂₄	0	0	0

表 8

ステアリンMCT

C N P	D 11	D 12	D 13	D 14	D 15	D 16
24	3.0	1.5	1.9	1.1	0.4	0.3
26	7.5	5.4	5.8	4.5	2.9	2.0
30	3.6	2.4	3.3	2.7	1.7	1.5
32	11.1	10.4	11.3	10.3	9.9	8.6
34	38.9	41.9	37.4	40.5	42.3	40.5
36	28.8	32.1	29.8	31.7	34.5	34.4
38	4.9	4.9	6.2	5.9	6.1	7.5
40	0.7		1.2	0.9	0.4	1.4
42	1.8		2.7	0.9	1.9	3.4
44		1.3	0.4	2.4		

例 3

ストロベリーの芳香のある低カロリー冷凍デザートが以下の成分を組合わせて作られる。

成 分	%
細かくスライスした新鮮なストロベリー	36.25
ステアリン/ベヘニンMCT, バッチ1	3
ステアリン/ベヘニンMCT, バッチ2	8
ステアリン/ベヘニンMCT, バッチ3	5
ポリグリセロールエステル乳化物	0.5
ヘキサグリセロールモノパルミテート乳化物	0.3
ハロゲン化やし油から作られたプロピレングリ	
コールモノエステル乳化物	0.3
混合ゴム系 (kelco's Dariloid 100)	0.15
フラクトーゼ	10
アスパルターム	0.02
バニラ抽出物	0.4
クリーム固形物	2
天然クリーム芳香物	0.05
人工バニラ芳香物	0.05
乾燥クリーム抽出物	1.0
大豆レシチン	0.25
スキムミルク	32.73

ステアリン/ベヘニンMCTの炭素数プロファイルおよび脂肪酸組成物は上記の表5に示される。バッチ1は(重量で)18%の中鎖トリグリセライド(MCT's)、82%のモノ長鎖トリグリセライド(長鎖はステアリンかベヘニンである)および0%のジ長鎖トリグリセライド(ステアリンおよび/またはベヘニン)を含み、バッチ2は0%のMCT、99%のモノ長鎖および1%のジ長鎖を、バッチ3は0%のMCT's、94%のモノ長鎖および6%のジ長鎖を含む。

各成分を高剪断攪拌機を中央に備えた修正バッチアイスクリーム製造機中で混合する。混合物は先ず約125°F(52°C)で約10分間温暖混合する。次に、混合物を約24°F(-4°C)の温度で約23分の時間以上で攪拌下に冷却する。混合物が冷却するにつれて、同時に乳化し脂肪が品出する。

最後に、混合物を2時間の間、-60°F(-51°C)に貯え、次に-20°F(-29°C)の貯蔵に移動する。

低カロリー冷凍デザートはプレミアムアイスクリームに非常に似た味を持つことが分る。

例 4

チョコレート芳香のある低カロリー冷凍デザートが以下の各成分を組合わせて例4に記述されるようにして作られる。

成 分	%
ステアリン/ベヘニンMCT, バッチ1	3
ステアリン/ベヘニンMCT, バッチ2	8
ステアリン/ベヘニンMCT, バッチ3	5
ベヘニンMCT, バッチ2	1
ポリグリセロールエステル乳化物	0.5
ヘキサグリセロールモノパルミテート乳化物	0.3
プロピレングリコールモノエステル乳化物	0.3
ココア	7
ブレンドされたガム系	0.15
(Kelco's Dariloid 100)	
ほろにがいチョコレート	2
フラクトース	5
砂糖(サクロース)	6

アスパルターム	0.02
バニラ抽出物	0.24
クリーム固形物	1
酵素変性クリーム	1.2
天然クリーム芳香剤	0.05
人工バニラ芳香剤	0.05
乾燥クリーム抽出物	0.3
大豆レシチン	0.25
スキムミルク	58.64

ステアリン/ベヘニンMCTの炭素数プロファイルと脂肪酸組成およびベヘニンMCTの炭素数プロファイルを表5に示す。ベヘニンMCTは重量で12%のMCT、88%のモノベヘネートおよび0%のジベヘネートを含む。

表 5

チョコレートタイプのキャンディに対する低カロリーのフランスしょうろ詰め物(truffle filling)が以下のようにして作られる。先ず、以下の成分を組合わせ、次にチョコレートベースの材料を送るために製粉した。

成 分	%
ベヘニンMCT, バッチ3	26
大豆レシチン	0.2
砂糖(スクロース)	35.8
非脂肪ミルク固形分	10
スプレードライバターミルク固形分	8
天然法のココア粉、19~20%脂肪	20

ベヘニンMCTの炭素数プロフィールを表5に示す。

砂糖、ミルク固形分、バターミルク固形分およびココア粉を混合皿中で組合わせ、レシチン全部を含むベヘニンMCT 60%をゆっくりと加えながら低速で混合する。残ったベヘニンMCTを次に同じ方法で加える。

詰め物を低速で約3分間、約120°F(49℃)の温度で成分を混合することにより作製する。混合物を次に成形し、50°F(10℃)で30分間冷却する。フランスしょうろ詰め物を標準ミルクチョコレートで波返し、味の良い低カロリーチョコレートタイプのキャンディを作る。または、フランスしょうろ詰め物をケーキの詰め物、パイまたはフランスしょうろデザートとして用いることもできる。

例 6

アイスクリームまたはその他の冷凍デザートに対する「チョコレート」波返しを52gのチョコレートリッカー、84gのココア(19%の天然脂肪)、非常に細い粒を持つ122gのスクロース、44gのベヘニンMCT バッチ4、80gのステアリン/ベヘニンMCT バッチ2および0.3gのレシチン(セントラキャップ)から作る。

これらの成分を次に4本ロールミルを通して3回通過させて粉砕し粒径を減少させる。ロール圧力は以下の通りである。

	上部ロール	第2ロール	第3ロール	底部ロール
第1回のパス	250psig	200psig	0	200psig
第2回のパス	250	220	0	220
第3回のパス	270	250	0	240

粉砕後の製品はチョコレートベース材料を含む。

チョコレートベース材料を次に追加成分と混合しフランスしょうろ詰め物を作る。

成 分	%
ベヘニンMCT, バッチ4	9.6
ステアリン/ベヘニンMCT, バッチ4	2.1
砂糖(スクロース)	5.5
バニリン	0.2
大豆レシチン	0.14
チョコレートベース材料	82.5

ベヘニンMCTの炭素数プロフィールおよびステアリン/ベヘニンMCTの炭素数プロフィールおよび脂肪酸組成を表5に示される。

表 7

低カロリーチョコレートタイプの菓子を以下の成分から作る。

成 分	グラム
ベヘニンMCT バッチ6	226
大豆レシチン	1
非脂肪ミルク固形分	383
砂糖(スクロース)	1196
ココア粉末	328
バニラ芳香剤	8

砂糖、非脂肪ミルク固形分、ココア粉末とバニラ芳香剤を混合皿中でベヘニンMCTおよび大豆レシチンの溶融ブレンドと組合わせる。この混合物を次にホバートミキサーで完全に混合する。混合されたものは下記に示される圧力設定を持つ4本ロールミルを通して砂糖の粒径を減少させる。

ロール	圧力 (psig)
上部ロール	220
第2ロール	225
第3ロール	0

底部ロール 220

追加の205gのベヘニンMCT (バッチ6)
をこのロール通しした混合物2264gに加える。
この混合物を再び上記ロール圧力設定を用いる4
本ロールミルに通して、ロール通しした菓子ベ
ースを得る。

このロール通しをした850gの菓子ベースを
125°F (51.7℃) で以下の追加的成分と混
合する。

成 分	グラム
大豆レシチン	0.5
ベヘニンMCT (バッチ6)	90
脱水スイートクリーム	8
バター芳香剤	1.6
チョコレートリッカー	45

上記の混合物の温度を87°F (30.6℃) に
下げ、次に室温で熟成したロール通しした菓子ベ
ース100gを加えた。混合を約87°F
(30.6℃) で更に16時間、低速度に設定さ
れたKitchen Aid ミキサーを用いて続行する。こ

の貝状 (conched) 混合物を次にチョコレートモ
ールドに注ぎ入れ56°F (13.3℃) で45分
間冷却する。冷却したモールドを隔離した箱に入
れ60°F (15.6℃) の部屋に24時間移行さ
せる。焼きもどしを70°F の部屋で更に48時間
続ける。

出願人代理人 佐 藤 一 雄

手 続 補 正 書 (方式)

平成 1 年 4 月 3 日

特許庁長官 吉 田 文 毅 殿

1 事件の表示

昭和 63 年特許願第 317585 号

2 発明の名称

中短脂肪酸および長短脂肪酸を含有する
トリグリセリドから製造される低カロリー
脂肪

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

ザ、プロクター、エンド、ギャンブル、
カンパニー

4 代理人 (郵便番号 100)

東京都千代田区丸の内三丁目2番3号
[電話東京 (211) 2321 大代表]

0428 井理士 佐 藤 一

5 補正命令の日付

発送日 平成 1 年 3 月 28 日

6 補正の対象

願書の出願人の欄、委任状及び明細書

7 補正の内容

- 1 別紙の通り
- 2 明細書の淨書 (内容に変更なし)

